PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-319315

(43)Date of publication of application: 16.11.2001

(51)Int.CI.

G11B 5/70

(21)Application number: 2000-132348

(71)Applicant: FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing:

01.05.2000

(72)Inventor: AONUMA MASASHI

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnetic recording medium suitable to characteristics of a magnetoresistive head showing excellent electromagnetic transducing characteristics, durability and shelf stability and suitably used for a magnetic recording and reproducing system assembled with a MR magnetic head capable of recording data at a high data transfer speed and with a high density.

SOLUTION: The magnetic recording medium having a non-magnetic layer which includes a nonmagnetic powder and a bonding agent and is essentially non-magnetic and a magnetic layer which includes a ferromagnetic powder and a bonding agent which are laminated on one surface of a substrate in this order and a back layer containing carbon black on the other surface of the substrate is characterized in that mean thickness and residual magnetic flux of the magnetic layer are in the range of 0.15-0.25 μm and 50-60 mT.μm, respectively, and the reduction of the residual magnetic flux of the magnetic layer after preserved for a week in 60° C, 90% RH and OR (a squareness ratio in the longitudinal direction of a tape/a squareness ratio in the width direction of the tape) of the magnetic layer are <1% and ≥2.0. respectively.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2. **** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The non-magnetic layer which contains nonmagnetic powder and a binder in one field of a base material and which is nonmagnetic substantially. The back layer which has a magnetic layer containing ferromagnetic powder and a binder in this order, and contains carbon black in the field of another side of this base material. It is characterized by being in the range whose average thickness of a magnetic layer it is the magnetic-recording medium equipped with the above, and is 0.15–0.25 micrometers, for the residual magnetic induction of a magnetic layer being in the 50 – 60 mT-mu m range, and for reduction of the residual magnetic induction of the magnetic layer after one-week preservation being less than 1% in 60 degrees C and 90%RH, and OR (square shape ratio of the square shape ratio / tape cross direction of a tape longitudinal direction) of a magnetic layer being 2.0 or more.

[Translation done.]

磁気記録媒体

特開2001-319315

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-319315

(P2001 - 319315A)

(43)公開日 平成13年11月16日(2001.11.16)

(51) Int.Cl.7

識別記号

FΙ G11B 5/70 テーマコート*(参考) 5D006

G11B 5/70

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 24 頁)

(21)出願番号

特隨2000-132348(P2000-132348)

(22)出願日

平成12年5月1日(2000.5.1)

(71) 出顧人 000005201

富士写真フイルム株式会社 神奈川県南足柄市中沼210番地

(72)発明者 青沼 政志

神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富

士写真フイルム株式会社内

(74)代理人 100105647

弁理士 小栗 昌平 (外4名)

Fターム(参考) 5D006 BA19 CC02 FA09

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体

(57)【要約】

【課題】 磁気抵抗型ヘッドの特性に適合し、良好な電 磁変換特性と耐久性および優れた保存安定性を示す磁気 記録媒体であって、更に、速いデータ転送速度でかつ高 い密度の記録が可能なMR磁気ヘッドを組み込んだ磁気 記録再生システムに好適に用いられる磁気記録媒体を提 供する。

【解決手段】 支持体の一方の面に、非磁性粉末及び結 合剤を含む実質的に非磁性である非磁性層と、強磁性粉 末及び結合剤を含む磁性層とをこの順に有し、そして該 支持体の他方の面にカーボンブラックを含むバック層を 有する磁気記録媒体であって、磁性層の平均厚みが0. 15~0. 25μmの範囲にあり、磁性層の残留磁束が 50~60mT・μ m範囲にあり、60°C、90%RH 中に1週間保存後の磁性層の残留磁束の減少が1%未満 であり、かつ磁性層のOR(テープ長手方向の角形比/ テープ幅方向の角形比)が2.0以上であることを特徴 とする磁気記録媒体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 支持体の一方の面に、非磁性粉末及び結合剤を含む実質的に非磁性である非磁性層と、強磁性粉末及び結合剤を含む磁性層とをこの順に有し、そして該支持体の他方の面にカーボンブラックを含むバック層を有する磁気記録媒体であって、磁性層の平均厚みが0.15~0.25μmの範囲にあり、磁性層の残留磁束が50~60mT・μm範囲にあり、60℃、90%RH中に1週間保存後の磁性層の残留磁束の減少が1%未満であり、かつ磁性層のOR(テープ長手方向の角型比/テープ幅方向の角型比)が2.0以上であることを特徴とする磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、特にコンピュータデータを記録するために有利に用いられる磁気記録媒体に関するものである。更に詳しくは、本発明は、特に磁気抵抗型の再生ヘッド(MRヘッド)を用いる磁気記録再生システムに有利に利用される磁気記録媒体に関するものである。

[0002]

【従来の技術】近年、コンピュータデータを記録再生す るための磁気記録再生システムにおいて、薄膜磁気ヘッ ドを組み込んだシステムが実用化されている。薄膜磁気 ヘッドは、小型化やマルチトラックヘッドに加工し易い ために、特に磁気テープを記録媒体としたシステムで は、薄膜磁気ヘッドのマルチトラック固定ヘッドが多く 利用されている。薄膜磁気ヘッドの利用によって、小型 化によるトラック密度の向上や記録効率の向上が可能と なり、高密度の記録を実現できると共に、またマルチト ラック化によりデータの転送速度の向上も可能になる。 薄膜磁気ヘッドは、磁束の時間変化に応答する誘導型へ ッドと、磁束の大きさに応答する磁気抵抗効果を利用し た磁気抵抗型ヘッド(MRヘッド)に大別できる。誘導 型ヘッドは平面構造のためにヘッドコイルの巻き数が少 なく、起磁力を大きくすることが困難となり、従って再 生出力が十分得られないと云う問題がある。このため、 再生用には高い再生出力が得られ易いMRヘッドが用い られ、一方、記録用には誘導型のヘッドが用いられてい る。これらの磁気ヘッドは、通常一体型としてシステム 中に組み込まれている。このような磁気記録システムで はより速いデータ転送速度を実現できるリニア記録方式 が採用されている。

性粉末及び結合剤を含む磁性層が設けられた基本構成を 有している。また、通常上記のようなデータ記録用の磁 気記録媒体では、磁性層とは反対側の裏面に巻き乱れの 防止や良好な走行耐久性を保つためにバック層が設けら 05 れている。

【0004】上記のような単層構造の磁性層を有する磁 気記録媒体は、昨今の大量のデータを保存する媒体とし てニーズに十分対応できないという問題がある。このよ うな要請に対して、例えば、薄膜磁気ヘッドが組み込ま 10 れた磁気記録システムに用いられる磁気記録媒体とし て、非磁性支持体上に無機質非磁性粉末を結合剤に分散 してなる下層非磁性層と、該非磁性層の上に強磁性金属 粉末を結合剤に分散してなる上層磁性層を設けた磁気記 録媒体が提案されている(特開平8-227517号公 報)。上記のように上層の磁性層を薄くすることで厚み 損失による出力低下が抑制され、また高い記録密度が達 成できるため、単層構造の磁性層を有する磁気記録媒体 に比べてより大きな容量のデータの保存が可能となる。 そしてここには、上層磁性層の厚みは、0.05~1. 20 $0 \mu m$ 、好ましくは、 $0.05 \sim 0.8 \mu m$ であるとの 記載があり、また具体的には、厚さ10μmのポリエチ レンテレフタレート性支持体の一方の側に、厚さ2.7 μ mの非磁性層及び保磁力Η c が1800エルステッド である強磁性金属粉末を含有する厚さ 0.3μmの磁性 層が順に設けられたコンピュータデータ記録用の磁気記 録媒体が記載されている。

【0005】本出願人は、MRヘッドが組み込まれた磁 気記録システムにおいて、該MRヘッドとこのシステム に用いられる磁気記録媒体との適応性について検討し 30 た。その検討によると、上記特開平8-227517号 公報に記載の磁気記録媒体は、MRヘッドを用いる磁気 記録再生システム、特にコンピュータデータ記録再生用 のシステムにおいて必ずしも高い適応性を有していると は云えないことが判明した。即ち、例えば、磁気記録媒 35 体して、比較的厚い (0.3 μm) 磁性層を有するもの を使用した場合には、磁性層の磁束が高くなるために、 再生出力が出過ぎてMRヘッドが飽和し、再生波形が歪 み、その結果、十分高いS/N値が得られず、エラーレ ートが増大し易くなったり、また一般に、高い記録密度 40 を達成するためには記録再生波形(孤立再生反転波形) はよりシャープ(波形の半値幅が小さい)であることが 望ましいが、磁性層が比較的厚い磁気記録媒体では、記 録再生波形の半値幅が大きくなり、十分高い記録密度が 得られないことが判明した。一方、非常に薄い (0.0 45 5 μm) 磁性層を有するものを使用した場合には、記録 再生波形に歪みが生じ、その結果、同様に高いS/N値 が得られず、また再生出力自体も低下し易くなることが 判明した。磁気抵抗型の再生ヘッドを組み込んだ磁気記 録再生システムに用いた場合に、エラーなどが生じにく

が可能な磁気記録媒体を提供することを目的に本出願人 は特開平11-238225号公報のものを提案した。

【0006】特開平11-238225号公報には以下 のような好ましい態様が提案されている。

- (1) 磁性層の磁束 (Φm) が0.02~0.095G 05 ·cm (更に好ましくは0.05~0.093G·c m、特に好ましくは、0.05~0.092G·cm) の範囲にある。
- (2) 磁性層の厚みが好ましくは、 $0.1 \sim 0.28 \mu$ ある。
- (3) 強磁性粉末の保磁力(Hc)が1680~205 0 (更に好ましくは1700~2000) エルステッド (Oe) の範囲にある。
- (4) 強磁性粉末が、磁性層の固形分中に75~85質 量% (更に好ましくは、78~82質量%) の範囲の量 で含有されている。
- (5) 磁性層のスイッチング・フィールド・ディストリ ビューション (SFD) の値が 0. 1~0. 32 (更に 好ましくは、0.15~0.28、特に0.18~2. 5) の範囲にある。
- (6) 磁性層の長手方向のSQ (角型比) が 0.82 (更に好ましくは、0.85、特に、0.88)以上で ある。
- ましくは、7~9.5 μ m、特に7.5~9.5 μ m) の範囲にある。
- 【0007】(8) カーボンブラックが、10~30m μの微粒子状カーボンブラックと150~300mμの 粗粒子状カーボンブラックの異なる平均粒子サイズを持 つ二種類のカーボンブラックを含む。
- (9) バック層が更にモース硬度5~9の硬質無機質粉 末を含む。
- (10) 上記モース硬度5~9の無機質粉末の平均粒子 サイズが $0.08\sim1\mu m$ (更に好ましくは、0.05 $\sim 0.5 \mu \, \text{m}$ 、特に、 $0.08 \sim 0.3 \, \text{m} \, \mu$)の範囲に
- (11) 上記モース硬度 5 ~ 9 の無機質粉末が α ーアル ミナである。
- (12) バック層の厚さが $0.2\sim0.8\mu$ mの範囲に 40 る磁気記録媒体。 ある。
- (13) 上記の磁気記録媒体が磁気抵抗型の再生ヘッド を用いる磁気記録再生システム用である。
- (14) 上記の磁気テープがコンピュータデータ記録用

【0008】近年の磁気記録媒体において、磁気抵抗型 ヘッド(MRヘッド)の特性に適合し、更に良好な電磁 変換特性と耐久性および優れた保存安定性を示す磁気記 録媒体の開発が望まれている。また、速いデータ転送速 度でかつ高い密度の記録が可能なMR磁気ヘッドを組み 50 ることを特徴とする磁気記録媒体。

込んだ磁気記録再生システムに好適に用いられる磁気記 録媒体が要求されている。本発明者は特開平11-23 8225号公報で開示された技術の改良を検討し、上記 要望に適した磁気記録媒体の開発を試みた。

[0009]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、磁気 抵抗型ヘッドの特性に適合し、良好な電磁変換特性と耐 久性および優れた保存安定性を示す磁気記録媒体であっ て、更に、速いデータ転送速度でかつ高い密度の記録が \mathbf{m} (更に好ましくは、 $\mathbf{0}$. $\mathbf{1}\sim\mathbf{0}$. $\mathbf{2}$ 5 μ \mathbf{m})の範囲に $\mathbf{10}$ 可能な $\mathbf{M}\mathbf{R}$ 磁気ヘッドを組み込んだ磁気記録再生システ ムに好適に用いられる磁気記録媒体を提供することであ

[0010]

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記のよう 15 な磁気記録再生システムに最適化した磁気記録媒体を求 めて更に研究を進めた。その結果、本発明者は、MRへ ッドの再生出力および高S/N化の最適化のため、磁性 層の厚みを従来に比べて特定の範囲に設定し、かつ磁気 記録媒体の磁性層の残留磁束及びORを特定化すること 20 で、MRヘッドが飽和することなく、高いS/N値が得 られ、かつ高い記録密度をも達成できる良好な電磁変換 特性を有する磁気記録再生システムに有利に用いること ができる磁気記録媒体を製造できることを見出した。

【0011】本発明は、支持体の一方の面に、非磁性粉 (7) 磁気テープの全体の厚みが $5\sim 10~\mu$ m (更に好 25 末及び結合剤を含む実質的に非磁性である非磁性層と、 強磁性粉末及び結合剤を含む磁性層とをこの順に有し、 そして該支持体の他方の面にカーボンブラックを含むバ ック層を有する磁気記録媒体であって、磁性層の厚みが 0. 15~0. 25 μ m の範囲にあり、磁性層の残留磁 東が50~60mT・μmの範囲にあり、60℃、90 %RH中に1週間保存後の磁性層の残留磁束の減少が1 %未満であり、かつ磁性層のOR(テープ長手方向の角 型比/テープ幅方向の角型比)が2.0以上であること を特徴とする磁気記録媒体にある。

> 【0012】本発明の磁気記録媒体は以下の態様である ことが好ましい。

- (1) 磁性層の厚みが 0. 16~0. 24 µ mの範囲で あることを特徴とする磁気記録媒体。
- (2) 磁性層のORが2. 2以上であることを特徴とす
- (3) 磁性層の長手方向(配向方向)の保磁力(Hc) が135.3~159.0kA/m (更に好ましくは1 39. 3~155. 2kA/m) の範囲であることを特 徴とする磁気記録媒体。
- (4) 磁性層の保持力角型比(S*)が0.67以上 (更に好ましくは0.69以上)であることを特徴とす る磁気記録媒体。
 - (5) 磁気記録媒体の全体の平均厚みが8.5~9.5 μ m (更に好ましくは8.6~9.2 μ m) の範囲であ

磁気記録媒体

- (6) 強磁性粉末が透過型電子顕微鏡により求められる 平均長軸長 0. 7~1. 1 μ m であり、平均軸比(軸 比:個々の粒子の長軸長/短軸長)が4~10(更に好 ましくは5~8)であり、上記平均長軸長および平均軸 比の変動率が30%以下(更に好ましくは25%以下) であることを特徴とする磁気記録媒体。
- (7) 強磁性粉末が鉄を主成分とする強磁性金属粉末で あり、該強磁性金属粉末は鉄に対しコバルトおよびアル ミニウムをそれぞれ5~15原子%(更に好ましくは7 ~12原子%)、イットリウムおよびマグネシウムをそ れぞれ0.1~5.0原子%(更に好ましくは0.5~ 3. 0原子%) 含有し、飽和磁化量 (σs) が、115 A・m²/kg以上130A・m²/kg未満(更に好ま しくは118A·m²/kg~128A·m²/kg) で あることを特徴とする磁気記録媒体。
- (8) 強磁性金属粉末は酸解離定数 p K a 4. 0以下の 有機りん化合物 (特に好ましくはフェニルホスホン酸) で処理されていることを特徴とする磁気記録媒体。
- (9) 支持体がPEN (ポリエチレンナフタレート) で とする磁気記録媒体。
- (10) 磁気抵抗型の再生ヘッドを用いる磁気記録再生 システム用であることを特徴とする磁気記録媒体。
- (11) コンピュータデータ記録用であることを特徴と する磁気記録媒体。

[0013]

【発明の実施の形態】以下に、本発明の磁気記録媒体に ついて説明する。本発明の磁気記録媒体は、支持体の一 方の面に、非磁性粉末及び結合剤を含む実質的に非磁性 である非磁性層と、強磁性粉末及び結合剤を含む磁性層 とをこの順に有し、そして該支持体の他方の面にカーボ ンブラックを含むバック層を有する。本発明は、磁性層 の厚みが $0.15\sim0.25\mu$ mの範囲にあり、磁性層 の残留磁束が $50\sim60$ mT・ μ mの範囲にあり、60℃、90%RH中に1週間保存後の磁性層の残留磁束の 減少が1%未満であり、かつ磁性層のORが2.0以上 であることを特徴とするものである。磁性層の厚みは更 に好ましくは $0.16\sim0.24\mu m$) の範囲であり、 磁性層の残留磁束は更に好ましくは50~58mT・μ m範囲であり、60℃、90%RH中に1週間保存後の 磁性層の残留磁束の減少が1%未満であり、かつ磁性層 のORは更に好ましくは2. 2以上であることを特徴と する磁気記録媒体である。

【0014】まず、本発明の特徴的な要件である磁性層 について詳述する。尚、磁性層を上層または上層磁性層 ともいう。磁性層の残留磁束を50~60mT・μmの 範囲に設定する手段は特に限定されない。本発明におい て、(1)磁性層の厚みを比較的薄い特定の範囲に調整 する方法、(2)強磁性粉末として適当な保磁力と飽和 磁化量 (σs:115A·m²/kg以上130A·m²

/kg未満)を有する材料を使用する方法、そして (3) 磁性層中の強磁性粉末の含有量(充填密度)を調 整する方法を適宜組み合わせることが好ましい。磁性層 の厚みは、上述したように $0.15\sim0.25 \mu$ m範囲 05 である。これ以外の厚み範囲の場合は、磁性層の残留磁 東が本発明で規定する範囲にあった場合でも記録再生波 形の半値幅が大きくなり、十分高い記録密度を達成する ことが困難になる。また一般に保磁力の大きい強磁性粉 末ほど高い記録密度が得られ易いが、そうするには、記 10 録電流を高く設定する必要がある。しかし、記録電流を 高くすると、高い再生出力が得られる反面、MRヘッド が飽和したり、また記録ヘッドが発熱し易くなる。その 結果、記録ヘッドと一体となっているMRヘッドが劣化 し、再生出力の低下やS/N値も低下する傾向にある。 15 このようなことから、本発明で用いる強磁性粉末の保磁 力は、136.0~155.0kA/m(更に好ましく は、140.0~148.0kA/m) の範囲にあるこ とが好ましい。また、磁気記録媒体のS/N比を向上さ せるためには、出力を上げるかノイズを低減する必要が あり、その平均厚みが $5~\mu~m\sim 7~\mu~m$ であることを特徴 20~ あるが、一方で長期間の保存経時安定性を図ることが、 特にコンピュータデータ記録用媒体には重要となってい る。本発明では保存安定性を十分に確保するために、6 0℃、90%RH中に1週間保存後の磁性層の残留磁束 の減少が1%未満となる磁気記録媒体であり、S/N比 25 を向上させるために、特に磁性層のORを制御すること が有効であることを見出した。ORは2.0以上(更に 好ましくは2.2以上)であることが好ましい。OR は、(テープ長手方向の角型比/テープ幅方向の角型 比) で求められるが、ここで、テープ長手方向の角型比 30 とは、テープ長手方向に磁界を印加して測定したB-H カーブの残留磁束 Φ r/飽和磁束 Φ mを表わし(SQとする)、テープ幅方向の角型比とは、テープ幅方向に 磁界を印加して測定したB-Hカーブの残留磁束 Φ r /飽和磁束 Φ mを表わす(SQ_2 とする)。即ち、OR=35 SQ, / SQ。である。また、磁性層の長手方向(配向方 向) の保磁力角型比S*が0.67以上(更に好ましく は0.69以上)であることも有効である。この保磁力 角型比S*は、以下により定義される。保磁力角型比S* =Hr/Hc (ここで、HrはB−HカーブのHcにお 40 ける接線が残留磁束Φr又は残留磁束密度(Br)と同 じ値になる磁界強度を示す。) 上記磁性層の残留磁束は、長手方向(配向方向)の残留 磁束密度(Br)に磁性層厚みを乗じることにより得ら れる値である。この残留磁束密度(Br)は、150m 45 T以上400mT以下の範囲が好ましい。磁性層の長手 方向(配向方向)の保磁力Hcは135.3~159. 0 k A/m (更に好ましくは139.3~155.2 k A/m) の範囲にあることが好ましい。更に、磁性層中 の強磁性粉末は、磁性層の固形分中に75~85質量% (更に好ましくは、78~82質量%)の範囲の量で含 有されていることが好ましい。

【0015】60℃、90%RH中に1週間保存後の磁 性層の残留磁束の減少(Δ残留磁束)は、強磁性粉末表 面を改質または特定の物質で処理することにより、その 減少幅を1%未満と小さくできる。その強磁性粉末を用 いるときには、上記残留磁束及びORをも満足させなけ ればならない。強磁性粉末表面を改質する手段として は、上記(7)に記載のように元素組成が特定な強磁性 粉末を選定したり、上記(8)に記載のように強磁性粉 末表面を酸解離定数 p K a 4. 0以下の有機りん化合物 で処理することが挙げられる。

【0016】上記のような特徴を有する磁性層は強磁性 粉末および結合剤から形成されている。また磁性層に は、通常、導電性粉末(例、カーボンブラック)、研磨 剤、そして潤滑剤が含まれている。磁性層に含まれる強 磁性粉末としては、飽和磁化量(σs)が、115A・ m²/kg以上130A·m²/kg未満(更に好ましく は $118A \cdot m^2/kg \sim 128A \cdot m^2/kg$) であ り、強磁性粉末が平均長軸長 0. 7~1. 1 μ mであ り、平均軸比4~10(更に好ましくは5~8)であ り、上記平均長軸長および平均軸比の変動率が30%以 下(更に好ましくは25%以下)である強磁性金属粉末 が特に好ましい。これらの特性を有する強磁性金属粉末 は、出発物質であるゲーサイトの枝分かれを少なくし、 かつ粒度分布を狭くすること、ヘマタイトにする際の加 熱脱水処理工程の条件をコントロールすること、メタル に還元する際の焼結防止を図ること等の組み合わせによ り達成できる。なお、強磁性粉末には少量の水酸化物又 は酸化物が含まれていてもよい。

【0017】本願明細書において、上記強磁性金属粉末 の他、カーボンブラック、研磨剤等種々の粉体のサイズ (以下、「粉体サイズ」と言う) は、高分解能透過型電 子顕微鏡写真より求められる。即ち、粉体サイズは、■ 粉体の形状が針状、紡錘状、柱状(ただし、高さが底面 の最大長径より大きい) 等の場合は、粉体を構成する長 軸の長さ、即ち長軸長で表され、■粉体の形状が板状乃 至柱状(ただし、厚さ乃至高さが板面乃至底面の最大長 径より小さい)場合は、その板面乃至底面の最大長径で 表され、■カーボンブラックのように粉体の形状が球 形、多面体状、不特定形等であって、かつ形状から粉体 を構成する長軸を特定できない場合は、円相当径で表さ れる。円相当径とは、円投影法で求められるものを言

【0018】また、該粉体の平均粉体サイズは、上記粉 上記の如く測定を実施して求めたものである。また、該 粉体の平均軸比は、上記測定において粉体の短軸の長 さ、即ち短軸長を測定し、各粉体の(長軸長/短軸長) の値の算術平均を指す。ここで、短軸長とは、上記粉体 サイズの定義で■の場合は、粉体を構成する短軸の長さ 50 剤、帯電防止剤などで分散前に予め処理を行ってもかま

を、同じく■の場合は、厚さ乃至高さを各々指し、■の 場合は、長軸と短軸の区別がないから、(長軸長/短軸 長)は便宜上、1とみなす。

【0019】そして、粉体の形状が特定の場合、例え 05 ば、上記粉体サイズの定義■の場合は、平均粉体サイズ を平均長軸長と言い、同定義■の場合は平均粉体サイズ を平均板径と言い、(最大長径/厚さ乃至高さ)の算術 平均を平均板状比という。同定義■の場合は平均粉体サ イズを平均粒子径という。また、各サイズの変動係数 10 は、該サイズの標準偏差をその平均のサイズで除した% 値を指す。

【0020】上記強磁性粉末は、その粒子の比表面積が 好ましくは30~70m²/g (更に好ましくは40~ 65 m²/g) であって、X線回折法から求められる結 15 晶子サイズは、50~220Å (更に好ましくは80~ 180Å) である。比表面積が余り小さいと高密度記録 に充分に対応できなくなり、又余り大き過ぎても分散が 充分に行えず、従って平滑な面の磁性層が形成できなく なるため同様に高密度記録に対応できなくなる。結晶子 20 サイズが小さいと減磁が大きくなり、保存安定性が劣 り、大きすぎるとノイズが増大し、高密度記録に充分に 対応できなくなる。

【0021】強磁性粉末には主成分のFeの他に、C、 O, N, Al, Si, S, Sc, Ti, V, Cr, C 25 u、Y、Mo、Rh、Pd、Ag、Sn、Sb、Te、 Ba、Ta、W、Re、Au、Hg、Pb、Bi、L a、Ce、Pr、Nd、P、Co、Mg、Mn、Zn、 Ni、Sr、H及びBの内の少なくとも一つの原子を含 んでいてもかまわない。好ましくは磁性層に含まれる強 30 磁性粉末が鉄を主成分とする強磁性金属粉末であり、該 強磁性金属粉末は鉄に対しコバルトおよびアルミニウム をそれぞれ5~15原子%(更に好ましくは7~12原 子%)、イットリウムおよびマグネシウムをそれぞれ 0.1~5.0原子%(更に好ましくは0.5~3.0 35 原子%) 含有し、強磁性金属核の表層部に約1.5~ 3.0 nmの酸化膜層が存在していることが好ましい。 更に該強磁性金属粉末は酸解離定数pKa4.0以下の 有機りん化合物(特に好ましくはフェニルホスホン酸) で処理されていることが好ましい。

【0022】本発明では、特に強磁性粉末が強磁性金属 粉末であり強磁性金属粉末は酸解離定数 p K a 4. O以 下の有機りん化合物(特に好ましくはフェニルホスホン 酸) で処理されていることが好ましい。有機りん化合物 としてはαーナフチルリン酸、フェニルリン酸、ジフェ 体サイズの算術平均であり、約200個の粉体について 45 ニルリン酸、p-エチルベンゼンホスホン酸、フェニル ホスホン酸、フェニルホスフィン酸等が上げられる。更 に詳しくは特開平11-134642号公報に記載され ている。

【0023】強磁性粉末は、分散剤、潤滑剤、界面活性

わない。具体的には、特公昭44-14090号、特公 昭45-18372号、特公昭47-22062号、特 公昭47-22513号、特公昭46-28466号、 特公昭46-38755号、特公昭47-4286号、 特公昭47-12422号、特公昭47-17284 号、特公昭47-18509号、特公昭47-1857 3号、特公昭39-10307号、及び特公昭48-3 9639号の各公報、そして米国特許第3026215 号、同3031341号、同3100194号、同32 載されている処理方法を利用することができる。

【0024】強磁性粉末の含水率は0.01~2質量 %、好ましくは0. $1\sim1$. 8質量%、更に好ましくは 0.5~1.6質量%とすることが好ましい。また結合 剤(樹脂)の種類によって含水率を最適化することが好 ましい。強磁性粉末のpHは用いる結合剤との組み合わ せにより最適化することが好ましく、そのpHは通常4 ~12の範囲、好ましくは5~10の範囲、更に好まし くは7.5から10の範囲である。表面処理を施す際の その使用量は、通常強磁性粉末に対して、0.1~10 質量%である。表面処理を施すことにより、脂肪酸など の潤滑剤の吸着が100mg/m²以下に抑えることが できる。強磁性粉末には可溶性のNa、Ca、Fe、N i、Al、Mg及びSrなどの無機イオンが含まれる場 合があるが、その含有量は5000ppm以下(更に好 ましくは500ppm以下)であれば特性に影響を与え ることはない。尚、上記のような強磁性粉末及びその製 造方法は、例えば、特開平7-22224号公報、特開 平10-83906号公報、特開平10-64711号 公報、特開平10-340805号公報、特開平11-11951号公報等に記載されている。具体例として は、Fe塩またはFe塩とCo塩の水溶液からゲータイ トを形成し、この懸濁液にCo含有化合物、AI含有化 合物、希土類元素の化合物、更にはMg含有化合物ある いは前述する元素の化合物の水溶液を添加、混合し、こ れらの含有されたゲータイト懸濁液を調製し、該懸濁液 を造粒、乾燥し、還元し、次いで徐酸化し強磁性金属粉 末を得る方法、単分散へマタイト粒子あるいは必要によ りこれをゲータイト化したものをCo含有化合物、、A 合物等で処理し、次いで還元する方法等が挙げられる。 なお、ゲータイトを形成する過程でMg含有化合物およ び一部のAI化合物を添加してよい。

【0025】磁性層のカーボンブラックは、磁性層の表 面電気抵抗 (R_s) の低減、動摩擦係数 (μ_κ値) の低 減、走行耐久性の向上、及び磁性層の平滑な表面性を確 保する等の種々の目的で添加される。カーボンブラック は、その平均粒子径が5~350nm(更に好ましく は、10~300nm)の範囲にあることが好ましい。 またその比表面積は、 $5\sim500\,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$ (更に好まし

くは、 $50\sim300\,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$) であることが好ましい。 DBP吸油量は、10~1000ml/100g (更に 好ましくは、50~300ml/100g) の範囲にあ ることが好ましい。またpHは、2~10、含水率は、 05 0.1~10%、そしてタップ密度は、0.1~1g/ mlであることが好ましい。

【0026】カーボンブラックは様々な製法で得たもの が使用できる。使用できるカーボンブラックの例として は、ファーネスブラック、サーマルブラック、アセチレ 42005号、及び同3389014号の各明細書に記 10 ンブラック、チャンネルブラック及びランプブラックを 挙げることができる。カーボンブラックの具体的な商品 例としては、BLACKPEARLS 2000, 1 300, 1000, 900, 800, 700, VULC AN XC-72 (以上、キャボット社製)、#35、 15 #50、#55、#60及び#80(以上、旭カーボン (株) 製)、#3950B、#3750B、#3250 B、#2400B、#2300B、#1000、#90 0、#40、#30、及び#10B(以上、三菱化学 (株) 製) 、CONDUCTEX SC、RAVEN、 150、50、40、15(以上、コロンビアカーボン 社製)、ケッチェンブラックEC、ケッチェンブラック ECDJ-500およびケッチェンブラックECDJ-600 (以上、ライオンアグゾ (株) 製) を挙げること ができる。カーボンブラックの通常の添加量は、強磁性 25 粉末100質量部に対して、0.1~30質量部(好ま しくは、0.2~15質量部)の範囲にある。

【0027】磁性層の研磨剤としては、例えば、溶融ア ルミナ、αーアルミナ、炭化珪素、酸化クロム(Cr₂ O₃)、コランダム、人造コランダム、ダイアモンド、 30 人造ダイアモンド、ザクロ石、エメリー(主成分:コラ ンダムと磁鉄鉱)を挙げることができる。これらの研磨 剤は、モース硬度5以上(好ましくは、6以上、特に好 ましくは、8以上)であり、平均粒子径が、0.05~ $1 \mu m$ (更に好ましくは、 $0.2 \sim 0.8 \mu m$) の大き 35 さのものが好ましい。研磨剤の添加量は、通常、強磁性 粉末100質量部に対して、3~25質量部(好ましく は、3~20質量部)の範囲にある。

【0028】磁性層の潤滑剤は、磁性層表面ににじみ出 ることによって、磁性層表面と磁気ヘッドとの摩擦を緩 l 含有化合物、希土類元素の化合物、更にはMg含有化 40 和し、摺接状態を円滑に維持させるために添加される。 潤滑剤としては、例えば、脂肪酸及び脂肪酸エステルを 挙げることができる。脂肪酸としては、例えば、酢酸、 プロピオン酸、2-エチルヘキサン酸、ラウリン酸、ミ リスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、 45 アラキン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、 リノレン酸、及びパルミトレイン酸等の脂肪族カルボン 酸又はこれらの混合物を挙げることができる。

> 【0029】また脂肪酸エステルとしては、例えば、ブ チルステアレート、sec-ブチルステアレート、イソ 50 プロピルステアレート、ブチルオレエート、アミルステ

アレート、3-メチルブチルステアレート、2-エチル ヘキシルステアレート、2-ヘキシルデシルステアレー ト、ブチルパルミテート、2-エチルヘキシルミリステ ート、ブチルステアレートとブチルパルミテートとの混 合物、オレイルオレエート、ブトキシエチルステアレー ト、2-ブトキシ-1-プロピルステアレート、ジプロ ピレングリコールモノブチルエーテルをステアリン酸で アシル化したもの、ジエチレングリコールジパルミテー ト、ヘキサメチレンジオールをミリスチン酸でアシル化 ト等の種々のエステル化合物を挙げることができる。上 記のような脂肪酸、及び脂肪酸エステルは、単独である いは二以上の化合物を組み合わせて使用することができ る。潤滑剤の通常の含有量は、強磁性粉末100質量部 10質量部)の範囲にある。

【0030】磁性層、非磁性層の結合剤としては、従来 公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂やこれ らの混合物が使用される。熱可塑性樹脂としては、ガラ ス転移温度が-100~150℃、数平均分子量が1, 000~200,000、好ましくは10,000~1 00,000、重合度が約50~1000程度のもので ある。

【0031】このような例としては、塩化ビニル、酢酸 ビニル、ビニルアルコール、マレイン酸、アクリル酸、 アクリル酸エステル、塩化ビニリデン、アクリロニトリ ル、メタクリル酸、メタクリル酸エステル、スチレン、 ブタジエン、エチレン、ビニルブチラール、ビニルアセ タール、ビニルエーテル、等を構成単位として含む重合 体または共重合体、ポリウレタン樹脂、各種ゴム系樹脂 がある。共重合体としては、例えば、塩化ビニルー酢酸 ビニル共重合体、塩化ビニルー塩化ビニリデン共重合 体、塩化ビニルーアクリルニトリル共重合体、アクリル 酸エステルーアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エ ステル-塩化ビニリデン共重合体、アクリル酸エステル ースチレン共重合体、メタアクリル酸エステルーアクリ ルニトリル共重合体、メタアクリル酸エステルー塩化ビ ニリデン共重合体、メタアクリル酸エステルースチレン 共重合体、塩ビニリデン-アクリロニトリル共重合体、 ブタジエンーアクリロニトリル共重合体、スチレンーブ 40 タジエン共重合体、クロロビニルエーテル-アクリル酸 エステル共重合体を挙げることができる。

【0032】また、熱硬化性樹脂または反応型樹脂とし てはフェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン硬化 型樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキド樹脂、アク リル系反応樹脂、ホルムアルデヒド樹脂、シリコーン樹 脂、エポキシーポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂とイ ソシアネートプレポリマーの混合物、ポリエステルポリ オールとポリイソシアネートの混合物、ポリウレタンと

樹脂については朝倉書店発行の「プラスチックハンドブ ック」に詳細に記載されている。また、公知の電子線硬 化型樹脂を各層に使用することも可能である。これらの 例とその製造方法については特開昭62-256219 05 に詳細に記載されている。以上の樹脂は単独または組合 せて使用できるが、好ましいものとして塩化ビニル樹 脂、塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル酢酸ビ ニルビニルアルコール共重合体、塩化ビニル酢酸ビニル 無水マレイン酸共重合体、から選ばれる少なくとも1種 してジオールとしたもの、そしてグリセリンのオレエー 10 とポリウレタン樹脂の組合せ、またはこれらにポリイソ シアネートを組み合わせたものがあげられる。

【0033】ポリウレタン樹脂の構造はポリエステルポ リウレタン、ポリエーテルポリウレタン、ポリエーテル ポリエステルポリウレタン、ポリカーボネートポリウレ に対して、0.2~20質量部(好ましくは、0.5~ 15 タン、ポリエステルポリカーボネートポリウレタン、ポ リカプロラクトンポリウレタンなど公知のものが使用で きる。ここに示したすべての結合剤について、より優れ た分散性と耐久性を得るためには必要に応じ、一COO $M_{1} - SO_{3}M_{1} - OSO_{3}M_{1} - P = O(OM)_{2}$ 20 O-P=O (OM)₂、(以上につきMは水素原子、ま たはアルカリ金属塩基)、 $-NR_2$ 、 $-N^{\dagger}R_3$ (Rは炭 化水素基)、一〇H、エポキシ基、一SH、一CN、な どから選ばれる少なくともひとつ以上の極性基を共重合 または付加反応で導入したものを用いることが好まし 25 い。このような極性基の量は10-1~10-8モル/gで あり、好ましくは10⁻²~10⁻⁶モル/gである。

> 【0034】ポリウレタン分子末端には少なくとも1個 ずつ、合計2個以上のOH基を有することが好ましい。 OH基は硬化剤であるポリイソシアネートと架橋して3 30 次元の網状構造を形成するので、分子中に多数含むほど 好ましい。特にOH基は分子末端にある方が硬化剤との 反応性が高いので好ましい。分子末端にOH基を3個以 上有することが好ましく、4個以上有することが特に好 ましい。本発明において、ポリウレタンを用いる場合は 35 ガラス転移温度が-50~150℃、好ましくは0℃~ 100℃、破断伸びが100~2000%、破断応力は 0. $0.5 \sim 1.0 \,\mathrm{Kg/mm^2}$ (0. $4.9 \sim 9.8 \,\mathrm{MP}$ a) 、降伏点は0.05~10Kg/mm²(0.49 98MPa)が好ましい。

【0035】本発明に用いられるこれらの結合剤の具体 的な例としては塩化ビニル系共重合体としてユニオンカ ーバイト社製VAGH、VYHH、VMCH、VAG F, VAGD, VROH, VYES, VYNC, VMC C, XYHL, XYSG, PKHH, PKHJ, PKH 45 C、PKFE、日信化学工業社製、MPR-TA、MP R-TA5、MPR-TAL、MPR-TSN、MPR -TMF、MPR-TS、MPR-TM、MPR-TA O、電気化学社製1000W、DX80、DX81、D X82、DX83、100FD、日本ゼオン社製MR-ポリイソシアネートの混合物等があげられる。これらの 50 104、MR-105、MR110、MR100、MR

555、400X-110A、ポリウレタン樹脂として 日本ポリウレタン社製ニッポランN2301、N230 2、N2304、大日本インキ社製パンデックスT-5 105、T-R3080、T-5201、バーノックD -400、D-210-80、クリスボン6109、7 209、東洋紡社製バイロンUR8200、UR830 0、UR-8700、RV530、RV280、大日精 化社製ポリカーボネートポリウレタン、ダイフェラミン 4020, 5020, 5100, 5300, 9020, 9022、7020、三菱化学社製ポリウレタン、MX 5004、三洋化成社製ポリウレタン、サンプレンSP -150、旭化成社製ポリウレタン、サランF310、 F210などが挙げられる。

【0036】磁性層中の結合剤は、強磁性粉末100質 量部に対して、通常5~50質量部(好ましくは10~ 30質量部)の範囲で用いられる。なお、磁性層に結合 剤として塩化ビニル系樹脂、ポリウレタン樹脂、及びポ リイソシアネートを組み合わせて用いる場合は、全結合 剤中に、塩化ビニル系樹脂が5~70質量%、ポリウレ タン樹脂が2~50質量%、そしてポリイソシアネート が2~50質量%の範囲の量で含まれるように用いるこ とが好ましい。

【0037】非磁性層の結合剤としては、前述した磁性 層にて記載した結合剤を用いることができる。結合剤 は、非磁性層の非磁性粉末100質量部に対して、通常 5~50質量部(好ましくは、15~45質量部)の範 囲である。なお、非磁性層に結合剤として塩化ビニル系 樹脂、ポリウレタン樹脂、及びポリイソシネートを組み 合わせて用いる場合は、全結合剤中に、塩化ビニル系樹 %、そしてポリイソシアネートが5~50質量%の範囲 の量で含まれるように用いることが好ましい。なお、非 磁性層においても前述した磁性層に添加することができ る分散剤やその他の添加剤を添加することができる。

ビニル樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、塩化ビ ニルー酢酸ビニルービニルアルコール共重合体、塩化ビ ニルー酢酸ビニルー無水マレイン酸共重合体、及びニト ロセルロースの中から選ばれる少なくとも1種の樹脂 と、ポリウレタン樹脂との組合せ、あるいはこれらに更 に硬化剤としてのポリイソシアネートを加えた組み合わ で構成されていることが好ましい。

【0039】本発明に用いるポリイソシアネートとして は、トリレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニル ート、キシリレンジイソシアネート、ナフチレン~1, 5-ジイソシアネート、o-トルイジンジイソシアネー ト、イソホロンジイソシアネート、トリフェニルメタン トリイソシアネート等のイソシアネート類、また、これ らのイソシアネート類とポリアルコールとの生成物、ま 50

た、イソシアネート類の縮合によって生成したポリイソ シアネート等を使用することができる。これらのイソシ アネート類の市販されている商品名としては、日本ポリ ウレタン社製、コロネートL、コロネートHL、コロネ 05 ート2030、コロネート2031、ミリオネートM R、ミリオネートMTL、武田薬品社製、タケネートD -102、タケネートD-110N、タケネートD-2 00、タケネートD-202、住友バイエル社製、デス モジュールL、デスモジュール【L、デスモジュール 10 N、デスモジュールHL等がありこれらを単独または硬 化反応性の差を利用して二つもしくはそれ以上の組合せ で各層とも用いることができる。

【0040】磁性層を形成するための塗布液には、強磁 性粉末、カーボンブラックなどの粉末を結合剤中に良好 15 に分散させるために、分散剤を添加することができる。 また必要に応じて、可塑剤、カーボンブラック以外の導 電性粒子(帯電防止剤)、防黴剤などを添加することが できる。分散剤としては、例えば、カプリル酸、カプリ ン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステ 20 アリン酸、ベヘン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノ ール酸、リノレン酸、ステアロール酸等の炭素数12~ 18個の脂肪酸(RCOOH、Rは炭素数11~17個 のアルキル基、又はアルケニル基)、前記脂肪酸のアル カリ金属又はアルカリ土類金属からなる金属石けん、前 25 記の脂肪酸エステルのフッ素を含有した化合物、前記脂 肪酸のアミド、ポリアルキレンオキサイドアルキルリン 酸エステル、レシチン、トリアルキルポリオレフィンオ キシ第四級アンモニウム塩(アルキルは炭素数1~5 個、オレフィンは、エチレン、プロピレンなど)、硫酸 脂が5~70質量%、ポリウレタン樹脂が5~60質量 30 塩、及び銅フタロシアニン等を使用することができる。 これらは、単独でも組み合わせて使用しても良い。分散 剤は、結合剤100質量部に対して0.5~20質量部 の範囲で添加される。

【0041】 [カーボンブラック、研磨剤] 本発明の磁 【0038】本発明において、磁性層の結合剤は、塩化 35 性層に使用されるカーボンブラックはゴム用ファーネ ス、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、アセチレンブ ラック、等を用いることができる。比表面積は5~50 0 m²/g、DBP吸油量は10~400ml/100 g、平均粒子径は5nm~100nm、pHは2~1 0、含水率は0.1~10質量%、タップ密度は0.1 ~1g/ml、が各々好ましい。本発明に用いられるカ ーボンブラックの具体的な例としてはキャボット社製、 BLACKPEARLS2000(平均粒子径15n m)、1300(平均粒子径13nm)、1000(平 メタンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネ 45 均粒子径16 nm)、900(平均粒子径15 nm)、 905、800 (平均粒子径17nm)、700 (平均 粒子径18nm)、VULCAN XC-72(平均粒 子径30nm)、 旭カーボン社製、#80(平均粒子 径20nm)、#60 (平均粒子径49nm)、#55 (平均粒子径68nm)、#50(平均粒子径94n

m)、#35(平均粒子径94nm)、三菱化学社製、 #2400B (平均粒子径15nm)、#2300 (平 均粒子径15 nm)、#900 (平均粒子径16 n m) 、#1000 (平均粒子径18nm) 、#30 (平 均粒子径30nm)、#40(平均粒子径20nm)、 #10B(平均粒子径84nm)、コロンビアンカーボ ン社製、CONDUCTEX SC (平均粒子径17n m) 、RAVEN 150 (平均粒子径18nm)、5 0 (平均粒子径21 n m) 、40 (平均粒子径24 n m)、15 (平均粒子径27nm)、日本EC社製、ケ ッチェンブラックEC40(平均粒子径30nm)、な どがあげられる。カーボンブラックを分散剤などで表面 処理したり、樹脂でグラフト化して使用しても、表面の 一部をグラファイト化したものを使用してもかまわな い。また、カーボンブラックを磁性塗料に添加する前に あらかじめ結合剤で分散してもかまわない。これらのカ ーボンブラックは単独、または組合せで使用することが できる。カーボンブラックを使用する場合は強磁性金属 粉末に対する量の0.1~30質量%で用いることが好 ましい。カーボンブラックは磁性層の帯電防止、摩擦係 数低減、遮光性付与、膜強度向上などの働きがあり、こ れらは用いるカーボンブラックにより異なる。従って本 発明に使用されるこれらのカーボンブラックは上層磁性 層、下層非磁性層でその種類、量、組合せを変え、粒子 径、吸油量、電導度、pHなどの先に示した諸特性をも とに目的に応じて使い分けることはもちろん可能であ り、むしろ各層で最適化すべきものである。本発明の磁 性層で使用できるカーボンブラックは例えば「カーボン ブラック便覧」(カーボンブラック協会編)を参考にす ることができる。

【0042】本発明の磁性層に用いられる研磨剤として は α 化率90%以上の α -アルミナ、 β -アルミナ、炭 化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、α一酸化鉄、コ ランダム、人造ダイアモンド、窒化珪素、炭化珪素、チ タンカーバイト、酸化チタン、二酸化珪素、窒化ホウ 素、など主としてモース硬度6以上の公知の材料が単独 または組合せで使用される。また、これらの研磨剤同士 の複合体(研磨剤を他の研磨剤で表面処理したもの)を 使用してもよい。これらの研磨剤には主成分以外の化合 物または元素が含まれる場合もあるが主成分が90%以 上であれば効果にかわりはない。これら研磨剤の平均粒 子径は通常、0.01~2μmで、0.01~1μmが 好ましく、 $0.01\sim0.5\mu$ mが更に好ましく、0.01~0.3μmが特に好ましく、特に電磁変換特性を 高めるためには、その粒度分布が狭い方が好ましい。ま た耐久性を向上させるには必要に応じて平均粒子径の異 なる研磨剤を組み合わせたり、単独の研磨剤でも粒径分 布を広くして同様の効果をもたせることも可能である。 タップ密度は0.3~2g/ml、含水率は0.1~5 質量%、pHは2~11、比表面積は1~30m²/g

が各々好ましい。本発明に用いられる研磨剤の形状は針 状、球状、サイコロ状、のいずれでも良いが、形状の一 部に角を有するものが研磨性が高く好ましい。具体的に はα-アルミナの例として住友化学社製ΑΚΡ-12 (平均粒子径0. 50μm)、AKP-15(平均粒子 径0. 45μm)、AKP-20(平均粒子径0. 39 μm) 、AKP-30 (平均粒子径0. 23μm) 、A KP-50 (平均粒子径0.16μm)、HIT-2 0、HIT-30、HIT-55(平均粒子径0.20 10 μm)、HIT-60、HIT-70 (平均粒子径0. 15μm)、HIT-80、HIT-100 (平均粒子 径0. 11 μm)、レイノルズ社製、ERC-DBM (平均粒子径 0. 2 2 μ m) 、H P – D B M (平均粒子 径 0. 2 2 μm) 、HPS-DBM (平均粒子径 0. 1 15 9 μm)、不二見研磨剤社製、WA10000 (平均粒 子径 0. 29 μm)、上村工業社製、UB 20 (平均粒 子径0.13μm)、酸化クロムの例として日本化学工 業社製、G-5 (平均粒子径0. 32 μm)、クロメッ クスU2 (平均粒子径0.18μm)、クロメックスU 20 1 (平均粒子径 0.17 μm)、α-酸化鉄の例として 戸田工業社製、TF100 (平均粒子径0.14μ m)、TF140(平均粒子径0.17μm)、炭化ケ イ素の例としてイビデン社製、ベータランダムウルトラ ファイン(平均粒子径 0. 16 μ m)、二酸化珪素の例 25 として昭和鉱業社製、B-3 (平均粒子径0.17 μ m) などが挙げられる。これらの研磨剤は必要に応じ非 磁性層に添加することもできる。非磁性層に添加するこ とで表面形状を制御したり、研磨剤の突出状態を制御し たりすることができる。これら磁性層、非磁性層の添加 する研磨剤の粒径、量はむろん最適値に設定すべきもの

【0043】研磨剤として微粒子ダイアモンドを使用することができる。本発明に使用することができるダイアモンド微粒子は、平均粒子径が 2.0μ m以下が好ましる、 $0.05\sim0.8\mu$ mが特に好ましく、 $0.05\sim0.8\mu$ mが特に好ましく、 $0.05\sim0.8\mu$ mが最も好ましい。平均粒子径が 0.01μ m未満では添加量に対する耐久性向上の効果が低くなる傾向がある。 2.0μ mより大きいと耐久性は優れるもののノイズが高くなる傾向があり、本発明の目的は達成されない。

【0044】本発明においては、各ダイアモンド微粒子の最大径をもって粒径とし、平均粒子径とは電子顕微鏡から無作為に抽出される500ケの粒子の測定値の平均値を指す。ダイアモンド微粒子の添加量は、強磁性金属粉末に対して通常、0.01~5質量%、好ましくは0.03~3.00質量%の範囲である。0.01質量%未満では、耐久性の確保が困難になり、5質量%を越えるとダイアモンド添加によるノイズ低減効果が少なくなる。

50 【0045】ノイズ、耐久性の観点からダイアモンド微

粒子の添加量及び平均粒子径は、上記範囲に規定されることが好ましいが、ノイズの観点からは、ダイアモンドの添加量はできるだけ少ない方が好ましく、本発明の磁気記録媒体は、磁気記録再生装置にあったダイアモンドの添加量、その平均粒子径を上記範囲から適宜選定することが好ましい。

【0046】また、ダイアモンド微粒子の粒度分布としては、粒子径が平均粒子径の200%以上の粒子個数がダイアモンド全個数中の5%以下であり、粒子径が平均粒子径の50%以下の粒子個数がダイアモンド全個数中の20%以下であることが好ましい。本発明に使用されるダイアモンド微粒子の粒子径の最大値は、通常、3.00 μ m、好ましくは2.00 μ m程度であり、その最小径は通常、0.01 μ m、好ましくは0.02 μ m程度である。

【0047】粒度分布の測定は、上記の粒子径の測定の際に平均粒子径を基準にその個数を計数して求める。ダイアモンド微粒子は、その粒度分布も耐久性とノイズに影響する。粒度分布が上記範囲より広いと前述したように設定した平均粒子径に相当する効果がずれる。即ち、粒子径が大きすぎるものが多いとノイズを増大させたり、ヘッドを傷つけたりする。また、微小なものが多いと研磨効果が不充分となる。また、極端に粒度分布の狭いものはダイアモンド微粒子の価格が高くなり、上記範囲とすることがコスト的にも有利である。

【0048】更に、本発明においてダイアモンド微粒子に、従来使用されている研磨剤、例えば、アルミナ研磨剤と併用することもできる。耐久性とSN比への効果は、少量のダイアモンド微粒子のみの方が良好だが、コスト他の理由でアルミナを強磁性金属粉末に対して好ましくは1~30質量%、更に好ましくは3~25質量%加えることもできる。この場合もダイアモンド微粒子を含むためにアルミナ単独で耐久性に必要な添加量よりもかなり減量することができ、耐久性の確保及びノイズの低減の観点からも好ましい。

【0049】ミクロンサイズダイアモンドパウダーの製法としては■静的高圧法、■爆発法、■気相法の三つがある。■の静的高圧法は始めに数10μmより大きい結晶を造り、その結晶を粉砕してサブミクロンまでのダイアモンド微粉を造る。■の爆発法は火薬を爆発させることによって発生する衝撃波で超高圧を発生させ、黒煙をダイアモンドに変換させる方法である。この方法で造りれるダイアモンドは一次粒子が20Åとも50Åともいわれる多結晶体のダイアモンドである。■の気相法は炭化水素のような炭素を含む気体状の化合物を水素ガスと共に常圧以下の密閉容器に送り込み、プラズマ等によって高温ゾーンを形成させ、原料化合物を分解させて、SiやMoの様な基板上にダイヤモンドを析出させる方法である。ダイアモンド微粒子の具体例としてはランズスーパーアブレッシブ社(LANDS Superabr

asives, Co) OLS600F, LS600T, LS600Fコート品 (ニッケル30%または56%コ ト品)、LS-NPM、BN2600、などがある。 これらは $0 \sim 100 \mu m$ の任意のサイズのダイアモンド 微粒子が得られ、好ましい。その他、東名ダイヤモンド 工業社のIRM 0-1/4 (平均粒子径0.12 u m)、IRM 0-1 (平均粒子径0.60μm)、M D200、MD150、MD100などが使用できる。 【0050】 [添加剤] 本発明の磁性層と非磁性層に使 10 用される、添加剤としては潤滑効果、帯電防止効果、分 散効果、可塑効果、などをもつものが使用され、組み合 わせることにより総合的な性能向上が図れる。潤滑効果 を示すものとしては物質の表面同士の摩擦の際、生じる 凝着を著しく低減させる作用を示す潤滑剤が使用され 15 る。潤滑剤には2つの型のものがある。磁気記録媒体に 使用される潤滑剤は完全に流体潤滑か境界潤滑であるか 判定することはできないが、一般的概念で分類すれば流 体潤滑を示す高級脂肪酸エステル、流動パラフィン、シ リコン誘導体などや境界潤滑を示す長鎖脂肪酸、フッ素 20 系界面活性剤、含フッ素系高分子などに分類される。塗 布型媒体では潤滑剤は結合剤に溶解した状態また一部は 強磁性金属粉末表面に吸着した状態で存在するものであ り、磁性層表面に潤滑剤が移行してくるが、その移行速 度は結合剤と潤滑剤との相溶性の良否によって決まる。 25 結合剤と潤滑剤との相溶性が高いときは移行速度が小さ く、相溶性の低いときには早くなる。相溶性の良否に対 する一つの考え方として両者の溶解パラメーターの比較 がある。流体潤滑には非極性潤滑剤が有効であり、境界 潤滑には極性潤滑剤が有効である。本発明においては好 30 ましくはこれら特性の異なる流体潤滑を示す高級脂肪酸 エステルと境界潤滑を示す長鎖脂肪酸とを合わせて、少 なくとも3種組み合わせることにより、大容量、高密 度、高耐久性を発揮することができるのである。これら に組み合わせて固体潤滑剤を使用することもできる。固 35 体潤滑剤としては例えば二硫化モリブデン、二硫化タン グステングラファイト、窒化ホウ素、フッ化黒鉛などが 使用される。境界潤滑を示す長鎖脂肪酸としては、炭素 数10~24の一塩基性脂肪酸(不飽和結合を含んで も、また分岐していてもかまわない)、および、これら 40 の金属塩(Li、Na、K、Cuなど)が挙げられる。 フッ素系界面活性剤、含フッ素系高分子としてはフッ素 含有シリコーン、フッ素含有アルコール、フッ素含有エ ステル、フッ素含有アルキル硫酸エステルおよびそのア ルカリ金属塩などが挙げられる。流体潤滑を示す高級脂 45 肪酸エステルとしては、炭素数10~24の一塩基性脂 肪酸(不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかま わない)と炭素数2~12の一価、二価、三価、四価、 五価、六価アルコールのいずれか一つ(不飽和結合を含 んでも、また分岐していてもかまわない)とからなるモ 50 ノ脂肪酸エステルまたはジ脂肪酸エステルまたはトリ脂 肪酸エステル、アルキレンオキシド重合物のモノアルキルエーテルの脂肪酸エステルなどが挙げられる。また流動パラフィン、そしてシリコン誘導体としてジアルキルポリシロキサン(アルキルは炭素数1~5個)、ジアルコキシポリシロキサン(アルコキシは炭素数1~4個)、モノアルキルモノアルコキシポリシロキサン(アルキルは炭素数1~5個、アルコキシは炭素数1~4個)、フェニルポリシロキサン、フロロアルキルポリシロキサン(アルキルは炭素数1~5個)などのシリコーンオイル、極性基をもつシリコーン、脂肪酸変性シリコーン、フッ素含有シリコーンなどが挙げられる。

【0051】その他の潤滑剤として炭素数12~22の一価、二価、三価、四価、五価、六価アルコール(不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない)、炭素数12~22のアルコキシアルコール(不飽和結合 15を含んでも、また分岐していてもかまわない)、フッ素含有アルコールなどのアルコール、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンなどのポリオレフィン、エチレングリコール、ポリエチレンオキシドワックスなどのポリグリコール、アルキル燐酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、アルキル硫酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、ポリフェニルエーテル、炭素数8~22の脂肪酸アミド、炭素数8~22の脂肪酸アミド、炭素数8~22の脂肪族アミンなどが挙げられる。

【0052】帯電防止効果、分散効果、可塑効果などを示すものとしてフェニルホスホン酸、具体的には日産化学(株)社の「PPA」など、αナフチル燐酸、フェニル燐酸、ジフェニル燐酸、pーエチルベンゼンホスホン酸、フェニルホスフィン酸、アミノキノン類、各種シランカップリング剤、チタンカップリング剤、フッ素含有アルキル硫酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、などが使用できる。

【0053】本発明において使用される潤滑剤は特に脂 肪酸と脂肪酸エステルが好ましく、更にこれらに加えて 別異の潤滑剤、添加剤も組み合わせて使用することがで きる。これらの具体例を以下に挙げる。まず脂肪酸で は、飽和脂肪酸としてカプリル酸(C7H15COOH、 融点16℃)、ペラルゴン酸(C₈H₁₇COOH、融点 15℃)、カプリン酸(CgH1gCOOH、融点31. 5℃)、ウンデシル酸(C₁₀H₂₁COOH、融点28. 6℃)、ラウリン酸 (C₁₁H₂₃COOH、融点44℃) 具体的には日本油脂(株)社の「NAA-122」な ど、トリデシル酸(C₁₂H₂₅COOH、融点45.5 ℃)、ミリスチン酸(C₁₃H₂₇COOH、融点58℃) 具体的には日本油脂(株)社の「NAA-142」な ど、ペンタデシル酸(C₁₄H₂₉COOH、融点53~5 4℃)、パルミチン酸 (C₁₅H₃₁COOH、融点63~ 64℃) 具体的には日本油脂(株)社の「NAA-16 0」など、ヘプタデシル酸(C₁₆H₃₃COOH、融点 6 0~61°C)、ステアリン酸(C₁₇H₃₅COOH、融点

71.5~72℃)具体的には日本油脂(株)社の「N AA-173K」など、ノナデカン酸(C₁₈H₃₇COO H、融点68.7℃)、アラキン酸(C₁₉H₃₉COO H、融点77℃)、ベヘン酸(C₂₁H₄₃COOH、融点 05 81~82℃) などが挙げられる。不飽和脂肪酸として オレイン酸(C₁₇H₃₃COOH(cis)、融点16℃) 具体的には関東化学(株)社の「オレイン酸」など、エ ライジン酸 (C₁₇H₃₃COOH (トランス) 、融点44~4 5℃) 具体的には和光純薬(株)社の「エライジン酸」 10 など、セトレイン酸 (C₂₁H₄₁COOH、融点33.7 ℃)、エルカ酸(C21H41COOH、融点33.4~3 4℃) 具体的には日本油脂(株)社の「エルカ酸」な ど、ブラシジン酸(C21H41COOH(トランス)、融点6 5℃)、リノール酸(C₁₇H₃₁COOH、沸点22 8℃(14mm))、リノレン酸(C₁₇H₂₉COOH、 沸点197℃ (4mm)) などが挙げられる。分岐飽和 脂肪酸としてはイソステアリン酸(CH₃CH(CH₃) (CH₂) ₁₄COOH、融点 67.6~68.1℃) な どが挙げられる。

【0054】エステル類ではラウリン酸エステルとして イソセチルラウレート($C_{11}H_{23}COOCH_2CH$ (C_6 H_{13}) C_8H_{17}) 、オレイルラウレート($C_{11}H_{23}CO$ $OC_{18}H_{35}$)、ステアリルラウレート($C_{11}H_{23}COO$ C₁₈H₃₇)、ミリスチン酸エステルとしてイソプロピル ミリステート (C₁₃H₂₇COOCH (CH₃)₂)、具体 的には新日本理化(株)社の「エヌジェルブIPM」な ど、ブチルミリステート($C_{13}H_{27}COOC_4H_9$)な ど、イソブチルミリステート(C₁₃H₂₇COOiso-C₄ H_g) 具体的には新日本理化(株)社の「エヌジェルブ IBM」など、ヘプチルミリステート($C_{13}H_{27}COO$ C_7H_{15})、オクチルミリステート($C_{13}H_{27}COOC_8$ H_{17})、イソオクチルミリステート($C_{13}H_{27}COOC$ $(C_{13}H_{27}COOCH_2CH (C_6H_{13}) C_8H_{17})$ など 35 が挙げられる。

【0055】パルミチン酸エステルとしてオクチルパルミテート($C_{15}H_{31}COOC_8H_{17}$)、デシルパルミテート($C_{15}H_{31}COOC_{10}H_{21}$)、イソオクチルパルミテート($C_{15}H_{31}COOCH_2CH$ (C_2H_5)C

40 $_4H_9$)、イソセチルパルミテート($C_{15}H_{31}COOCH_2CH$ (C_6H_{13}) C_8H_{17})、2-オクチルドデシルパルミテート($C_{15}H_{31}COOCH_2CH$ (C_8H_{17}) $C_{12}H_{25}$)、2-ヘキシルドデシルパルミテート($C_{15}H_{31}COOCH_2CH$ ($C_{15}H_{31}COOCH_2CH$ ($C_{15}H_{31}COOCH_2CH$)、2-000 $C_{12}CH$ (2-1000 $C_{12}CH$ 000 $C_{13}COOCH_2CH$ 0000 $C_{13}COOCH_3CH$ 0000 $C_{13}COOCH_3CH$ 0000 $C_{13}COOCH_3CH$ 0000 $C_{13}COOCH_3CH$ 0000 $C_{13}COOCH_3CH$ 0000 $C_{13}COOCH_3CH$ 00000 $C_{13}COOCH_3CH$ 0000 $C_{13}COOCH_3CH$ 000 $C_{13}COOCH_3CH$ 0000C

【0056】ステアリン酸エステルとしてプロピルステアレート($C_{17}H_{35}COOC_3H_7$)、イソプロピルステアレート($C_{17}H_{35}COOCH$ (CH_3)。)、ブチルス F_7 0)テアレート($F_{17}H_{35}COOC_4H_9$)具体的には日本油

脂(株)社の「ブチルステアレート」など、secーブチ ルステアレート(C₁₇H₃₅COOCH(CH₃)C $_{2}H_{5}$) 、tert-ブチルステアレート($C_{17}H_{35}COOC$ $(CH_3)_3$, $r \in \mathcal{N}$ $_{5}\mathrm{H}_{11})$ 、イソアミルステアレート($\mathrm{C}_{17}\mathrm{H}_{35}\mathrm{COOC}$ H_2CH_2CH $(CH_3)_2)$ など、ヘキシルステアレート (C₁₇H₃₅COOC₇H₁₅)、具体的には松本油脂 (株) 社の「MYB-185」など、オクチルステアレ ート (C₁₇H₃₅COOC₈H₁₇) 具体的には日本油脂 (株) 社の「N-オクチルステアレート」など、イソオ クチルステアレート (C₁₇H₃₅COOisoC₈H₁₇) 具体 的には竹本油脂(株)社の「FAL-123」など、デ シルステアレート $(C_{17}H_{35}COOC_{10}H_{21})$ 、イソデ シルステアレート($C_{17}H_{35}COOiso-C_{10}H_{21}$)、 ドデシルステアレート $(C_{17}H_{35}COOC_{12}H_{25})$ 、イ ソトリデシルステアレート(C₁₇H₃₅COOiso-C₁₃ H_{27})、2-エチルヘキシルステアレート($C_{17}H_{35}C$ OOCH₂CH (C₂H₅) C₄H₉)、イソヘキサデシル ステアレート $(C_{17}H_{35}COOCH_2CH (C_2H_5) C_4$ H_9)、イソセチルステアレート($C_{17}H_{35}COOCH_2$ CH (C₆H₁₃) C₈H₁₇) 具体的には新日本理化(株) 社の「エヌジェルブHDS」など、イソステアリルステ アレート $(C_{17}H_{35}COOisoC_{18}H_{37})$ 、オレイルス テアレート (C₁₇H₃₅COOC₁₈H₃₇) などが挙げられ

【0057】ベヘン酸エステルとしてイソテトラコシル ベヘネート (C21H43COOCH2CH (C6H13) C12 H_∞) 具体的には新日本理化(株)社の「エヌジェルブ DTB」など) が挙げられる。グリコールタイプのエス テルとしてブトキシエチルステアレート(C₁₇H₃₅CO ${\rm OCH_2CH_2OC_4H_9)}\ ,\ \vec{\mathcal{T}}\ {\rm } \ {\rm } \$ リコールモノブチルエーテルステアレートまたはブトキ シエトキシエチルステアレート (C17H35COO (CH $_2$ CH $_2$ O) $_2$ C $_4$ H $_9$)、テトラエチレングリコールモノ ブチルエーテルステアレート(C₁₇H₃₅COO(CH₂ $CH_2O)$ ${}_4C_4H_9$ 、 \mathcal{S} \mathcal{S} ルエーテルステアレート(C₁₇H₃₅COO(CH₂CH₂ O) 2C6H6)、ジエチレングリコールモノ2-エチル ヘキシルエーテルステアレート(C₁₇H₃₅COO(CH ₂CH₂O)₂CH₂CH(C₂H₅)C₄H₉)、など特開昭 59-227030号、特開昭59-65931号に記 載のエステルが使用できる。

【0058】 イソステアリン酸エステルとしてイソセチルイソステアレート($isoC_{17}H_{35}COOCH_2CH$ (C_6H_{13}) C_8H_{17}) 具体的には高級アルコール社の「I. C. I. S」など、オレイルイソステアレート($isoC_{17}H_{35}COOC_{18}H_{37}$)、ステアリルイソステアレート($isoC_{17}H_{35}COOC_{18}H_{37}$)、イソステアレート($isoC_{17}H_{35}COOC_{18}H_{37}$)、イソステア

リルイソステアレート($isoC_{17}H_{35}COOiso-C_{18}H_{37}$)、エイコセニルイソステアレート($isoC_{17}H_{35}COOC_{22}H_{43}$)などが挙げられる。

【0059】オレイン酸エステルとしてブチルオレエー 05 ト (C₁₇H₃₃COOC₄H₉) 、新日本理化(株) 社の 「エヌジェルブBO」など、オレイルオレエート(C₁₇ $H_{33}COOC_{18}H_{35}$)、エチレングリコールジオレイル (C₁₇H₃₃COOCH₂CH₂OCOC₁₇H₃₃) などが挙 げられる。エルカ酸エステルとしてエルカ酸オレイル $(C_{21}H_{41}COOC_{18}H_{35})$ が挙げられる。ジエステル としてジオレイルマレエート($C_{18}H_{35}OCOCH=C$ HCOOC₁₈H₃₅)、ネオペンチルグリコールジデカノ $C_{g}H_{1g}$)、エチレングリコールジラウレート($C_{11}H$ 15 ₂₃COOCH₂CH₂OCOC₁₁H₂₃)、エチレングリコ ールジオレイル(C₁₇H₃₃COOCH₂CH₂OCOC₁₇ H_{33}) 、 1, 4 - ブタンジオールジステアレート(C_{17} $H_{35}COO(CH_2)_4OCOC_{17}H_{35})$, $1,4-J\beta$ ンジオールジベヘネート($C_{21}H_{43}COO$ (CH_2) $_4O$ 20 $COC_{21}H_{43}$)、1,10ーデカンジオールジオレイル $(C_{17}H_{33}COO\ (CH_2)_{10}OCOC_{17}H_{33})\ ,\ 2-$ ブテンー1, 4 - ジオールセトレイル($C_{21}H_{41}COOC$ H₂CH=CHCH₂OCOC₂₁H₄₁) などが挙げられ

25 【0060】トリエステルとしてカプリル酸トリグリセライド(C_7H_{15} COOC H_2 CH(OCOC $_7H_{15}$)C H_2 OCOC $_7H_{15}$)が挙げられる。これら脂肪酸エステルや脂肪酸の他にアルコール類ではオレイルアルコール($C_{18}H_{35}$ OH)、ステアリルアルコール($C_{18}H_{37}$ O30 H)、ラウリルアルコール($C_{12}H_{25}$ OH)などがあげられる。

【0061】脂肪酸アミドとしてラウリン酸アミド(C₁₁H₂₃CONH₂) 具体的には東京化成(株)社の「ラウリン酸アミド」など、ミリスチン酸アミド(C₁₃H₂₇35 CONH₂)、パルミチン酸アミド(C₁₅H₃₁CONH₂)、オレイン酸アミド(cis-C₈H₁₇CH=CH(CH₂),CONH₂)具体的にはライオンアクゾ(株)社の「アーモスリップCP-P」など、エルカ酸アミド(cis-C₈H₁₇CH=CH(CH₂),1CON40 H₂)具体的にはライオンアクゾ(株)社の「アーモスリップE」など、ステアリン酸アミド(C₁₇H₃₅CONH₂)具体的にはライオンアクゾ(株)社の「アーマイドHT」などが挙げられる。

【0062】シリコン化合物として信越化学(株)社の 「TAV-3630」、「TA-3」、「KF-69」 が挙げられる。また、アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系、アルキルフェノールエチレン オキサイド付加体、等のノニオン界面活性剤、環状アミン、エステルアミド、第四級アンモニウム塩類、ヒダントイン誘導体、複素環類、ホスホニウムまたはスルホニ

ウム類等のカチオン系界面活性剤、カルボン酸、スルフ オン酸、燐酸、硫酸エステル基、燐酸エステル基、など の酸性基を含むアニオン界面活性剤、アミノ酸類、アミ ノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または燐酸エ ステル類、アルキルベダイン型、等の両性界面活性剤等 も使用できる。これらの界面活性剤については、「界面 活性剤便覧」(産業図書株式会社発行)に詳細に記載さ れている。これらの潤滑剤、帯電防止剤等は必ずしも1 00%純粋ではなく、主成分以外に異性体、未反応物、 副反応物、分解物、酸化物等の不純分が含まれてもかま わない。これらの不純分は30%以下が好ましく、さら に好ましくは10%以下である。

【0063】本発明で使用されるこれらの潤滑剤、界面 活性剤は個々に異なる物理的作用を有するものであり、 用比率は目的に応じ最適に定められるべきものである。 非磁性層、磁性層で融点の異なる脂肪酸を用い表面への 滲み出しを制御する、沸点、融点や極性の異なるエステ ル類を用い表面への滲み出しを制御する、界面活性剤量 を調節することで塗布の安定性を向上させる、潤滑剤の 添加量を下層で多くして潤滑効果を向上させるなど考え られ、無論ここに示した例のみに限られるものではな い。一般には潤滑剤の総量として強磁性金属粉末または 非磁性粉末に対し、0.1質量%~50質量%、好まし くは0.5質量%~25質量%の範囲で選択される。

【0064】また本発明で用いられる添加剤のすべてま たはその一部は、磁性および非磁性塗料製造のどの工程 で添加してもかまわない、例えば、混練工程前に強磁性 金属粉末と混合する場合、強磁性金属粉末と結合剤と溶 剤による混練工程で添加する場合、分散工程で添加する 場合、分散後に添加する場合、塗布直前に添加する場合 などがある。また、目的に応じて磁性層を塗布した後、 同時または逐次塗布で、添加剤の一部または全部を塗布 することにより目的が達成される場合がある。また、目 的によってはカレンダーした後、またはスリット終了 後、磁性層表面に潤滑剤を塗布することもできる。

【0065】 [層構成] 本発明の磁気記録媒体の厚み構 成は支持体は、 $5 \sim 7 \mu m$ (更に好ましくは、 $5 \sim 6$. $5 \mu m$) の範囲の平均厚さのものが使用される。

【0066】支持体と非磁性層または磁性層の間に密着 性向上のための下塗り層を設けてもかまわない。本下塗 層厚みは通常、 $0.01\sim0.5\mu m$ 、好ましくは0.02~0.5μmである。帯電防止やカール補正などの 効果を出すために非磁性層、磁性層側と反対側にバック コート層を設ける。この厚みは $0.1\sim4\mu$ m、好まし 45 くは0.3~2.0μmである。これらの下塗層、バッ クコート層は公知のものが使用できる。

【0067】非磁性層について詳述する。非磁性層は、 下層または下層非磁性層ともいう。非磁性層は、非磁性 粉末及び結合剤を含む実質的に非磁性の層である。この 50 m²である。 p Hは3~6の間にあることが好ましい。

非磁性層は、上層磁性層の電磁変換特性に影響を与えな いように実質的に非磁性であることが必要であるが、磁 性層の電磁変換特性に悪影響を与えなければ磁性粉末が 含まれていても特に問題とはならない。また非磁性層に 05 は通常、これらの成分以外に潤滑剤が含まれている。 【0068】本発明の下層に用いられる非磁性粉末とし ては、例えば、金属酸化物、金属炭酸塩、金属硫酸塩、

金属窒化物、金属炭化物、金属硫化物、等の無機化合物 から選択することができる。無機化合物としては例えば 10 α 化率90%以上の α -アルミナ、 β -アルミナ、 γ -アルミナ、θ-アルミナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸 化セリウム、αー酸化鉄、ヘマタイト、ゲータイト、コ ランダム、窒化珪素、チタンカーバイト、酸化チタン、 二酸化珪素、酸化スズ、酸化マグネシウム、酸化タング その種類、量、および相乗的効果を生み出す潤滑剤の併 15 ステン、酸化ジルコニウム、窒化ホウ素、酸化亜鉛、炭 酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、二硫化 モリブデンなどが単独または組合せで使用される。特に 好ましいのは、粒度分布の小ささ、機能付与の手段が多 いこと等から、二酸化チタン、酸化亜鉛、酸化鉄、硫酸 20 バリウムであり、更に好ましいのは二酸化チタン、α酸 化鉄である。これら無機粉末の平均粒子径は0.005 ~2 µ mが好ましいが、必要に応じて平均粒子径の異な る無機粉末を組み合わせたり、単独の無機粉末でも粒径 分布を広くして同様の効果をもたせることもできる。と 25 りわけ好ましいのは無機粉末の粒子径は0.01μm~ 0. 2μmである。特に、無機粉末が粒状金属酸化物で ある場合は、平均粒子径0.08μm以下が好ましく、 針状金属酸化物である場合は、平均長軸長が 0.3 μ m 以下が好ましく、 $0.2 \mu m$ 以下がさらに好ましく、 30 0.10 μ m以下が特に好ましい。軸比は3~12が好 ましく、4~9が更に好ましい。タップ密度は通常、 0.05~2g/ml、好ましくは0.2~1.5g/

> 35 3~1.5質量%である。無機粉末のpHは通常、2~ 11であるが、pHは5.5~10の間が特に好まし い。無機粉末の比表面積は通常、1~100m²/g、 好ましくは $5\sim80\,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$ 、更に好ましくは $10\sim7$ $0 \,\mathrm{m}^2/\mathrm{g}$ である。無機粉末の結晶子サイズは0.00 $40 4 \mu \text{ m} \sim 1 \mu \text{ m}$ が好ましく、0. $04 \mu \text{ m} \sim 0$. $1 \mu \text{ m}$ が更に好ましい。DBP(ジブチルフタレート)を用い た吸油量は通常、5~100ml/100g、好ましく は10~80ml/100g、更に好ましくは20~6 0ml/100gである。比重は通常、1~12、好ま しくは3~6である。形状は針状、球状、多面体状、板 状のいずれでも良い。モース硬度は4以上、10以下の ものが好ましい。無機粉末のSA(ステアリン酸)吸着 量は通常、 $1\sim20\mu$ m o l / m²、好ましくは2~1 $5 \mu \text{mol/m}^2$ 、さらに好ましくは3~8 $\mu \text{mol/}$

mlである。無機粉末の含水率は通常、0.1~5質量

%、好ましくは0.2~3質量%、更に好ましくは0.

これらの無機粉末の表面には表面処理が施されて Al_2 O₃、 SiO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 SnO_2 、Sb2O₃、ZnO、 Y_2O_3 が存在することが好ましい。特に分散性に好ましいのは Al_2O_3 、 SiO_2 、TiO2、 ZrO_2 であるが、更に好ましいのは Al_2O_3 、 SiO_2 、 ZrO_2 であるが、更に好ましいのは Al_2O_3 、 SiO_2 、 ZrO_2 である。これらは組み合わせて使用しても良いし、単独で用いることもできる。また、目的に応じて共沈させた表面処理層を用いても良いし、先ずアルミナを存在させた後にその表層にシリカを存在させる方法、またはその逆の方法を採ることもできる。また、表面処理層は目的に応じて多孔質層にしても構わないが、均質で密である方が一般には好ましい。

【0069】本発明の下層に用いられる無機粉末の具体 的な例としては、アルミナとして住友化学製HIT-1 として昭和電工製ナノタイト (平均粒子径0.06μ m)、酸化鉄として戸田工業社製 α ヘマタイトDPN-250、DPN-250BX (平均長軸長0. 16μ m、平均短軸長0. 02μm、軸比7. 45)、DPN -245, DPN-270BX, DPN-550BX, DPN-550RX (平均長軸長0. 15μm、平均短 軸長0.02μm、軸比7.5)、DPN-650R X、チタン工業製 α ヘマタイト α -40、石原産業製 α ヘマタイトE270、E271、E300、E303、 酸化チタンとして石原産業製酸化チタンTTO-51B (平均粒子径0.01~0.03μm)、TTO-55 A (平均粒子径0. 03~0. 05μm)、TTO-5 5B (平均粒子径0.03~0.05μm)、TTO-55C (平均粒子径0.03~0.05μm)、TTO -55S(平均粒子径0.03~0.05μm)、TT O-55D (平均粒子径0.03~0.05μm)、S N-100、チタン工業製酸化チタンSTT-4D (平 均粒子径0.013μm)、STT-30D(平均粒子 径0.09μm)、STT-30(平均粒子径0.12 μm) 、STT-65C (平均粒子径0.12μm) 、 テイカ製酸化チタンMT-100S(平均粒子径0,0 15μm)、MT-100T (平均粒子径0.015μ m)、MT-150W(平均粒子径0.015μm)、 MT-500B (平均粒子径0. 035μm)、MT-600B (平均粒子径0.050μm)、MT-100 F、MT-500HD、堺化学製酸化亜鉛としてFIN EX-25 (平均粒子径0.5μm)、堺化学製硫酸バ リウムとしてBF-1 (平均粒子径0.05μm)、B F-10 (平均粒子径0.06μm)、BF-20 (平 均粒子径0.03μm)、ST-M、同和鉱業製DEF IC-Y、DEFIC-R、日本アエロジル製AS2B M、TiO2P25、宇部興産製100A、500A、 及びそれを焼成したものが挙げられる。特に好ましい無 機粉末は二酸化チタンとα一酸化鉄である。

【0070】例えば、 α -酸化鉄(α -酸化失(α -酸化失)は以下 α - 形表面にその α 1化合物で被覆し、次いで、濾過、水

のような諸条件の基で製造される。即ち、 $\alpha - Fe_2O_3$ 粒子粉末の製造は、針状ゲータイト粒子を前駆体粒子とする。針状ゲータイト粒子は例えば次のような方法で製造できる。

05 ■第一鉄水溶液に等量以上の水酸化アルカリ水溶液を加え、水酸化第一鉄コロイドを含むpH11以上の懸濁液を調製し、80℃以下の温度でこれに酸素含有ガスを通気して第一鉄イオンに酸化反応を行わさせ、針状ゲータイト粒子を生成させる方法。

10 【 0 0 7 1 】 ■第一鉄塩水溶液と炭酸アルカリ水溶液とを反応させ、得られるF e C O₃を含む懸濁液に酸素含有ガスを通気して鉄イオンに酸化反応を行わさせ、紡錘状を呈した針状ゲータイト粒子を生成させる方法。

的な例としては、アルミナとして住友化学製HIT-1 00(平均粒子径0.11 μ m)、ZA-GI、酸化鉄 15 たは炭酸アルカリ水溶液を添加し、得られる水酸化第一として昭和電工製ナノタイト(平均粒子径0.06 μ m)、酸化鉄として戸田工業社製 α へマタイトDPN-250BX(平均長軸長0.16 μ 地子を生成する。次いで、該針状ゲータイト核粒子を含む第一鉄塩水溶液に、該第一鉄塩水溶液中のFe²⁺に対 250、DPN-270BX、DPN-550BX、 20 し等量以上の水酸化アルカリ水溶液を添加し、その後、 DPN-550RX(平均長軸長0.15 μ m、平均短 軸長0.02 μ m、軸比7.5)、DPN-650R 電素含有ガスを通気して前記針状ゲータイト核粒子を成 長させる方法。

【0072】■ 第一鉄水溶液に等量未満の水酸化アルカリまたは炭酸アルカリ水溶液を添加して水酸化第一鉄25 コロイドを含む第一鉄塩水溶液を調製し、得られた水溶液に酸素含有ガスを通気して鉄イオンに酸化反応を行わさせ、これによって針状ゲータイト核粒子を生成させ、次いで、酸性乃至中性領域で前記針状ゲータイト核粒子を成長させる方法。

30 【0073】尚、ゲータイト粒子の生成反応中に粒子粉末の特性向上等の為に通常添加されているNi、Zn、P、Si等の異種元素が添加されていても支障はない。前駆体粒子である針状ゲータイト粒子を200~500℃の温度範囲で脱水するか、必要に応じて、更に35035~800℃の温度範囲で加熱処理により焼き鈍しを針状 α -Fe $_2$ O $_3$ 粒子を得る。尚、脱水または焼き鈍しされる針状ゲータイト粒子の表面にP、Si、B、Zr、Sb等の焼結防止剤が付着していても支障はない。350~800℃の温度範囲で加熱処理により焼き鈍し40をするのは、脱水されて得られた針状 α -Fe $_2$ O $_3$ 粒子の粒子表面に生じている空孔を焼き鈍しにより、粒子の極表面を溶融させて空孔をふさいで平滑な表面形態とさせる事が好ましいからである。

【0074】本発明において用いられる $\alpha-Fe_2O_3$ 45 粒子粉末は、前記脱水または焼き鈍しをして得られた針 状 $\alpha-Fe_2O_3$ 粒子から次のようにして製造することができる。針状 $\alpha-Fe_2O_3$ 粒子を水溶液中に分散して懸濁液を得る。得られた懸濁液にA 1 化合物を添加し、懸濁液のp Hを調整するとともに $\alpha-Fe_2O_3$ 粒 A 2 の表面にそのA 1 化合物で被磨し、かいて、被過 A な 洗、乾燥、粉砕、必要により更に脱気・圧密処理等を施 す。用いられるAl化合物は酢酸アルミニウム、硫酸ア ルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等の アルミニウム塩やアルミン酸ソーダ等のアルミン酸アル カリ塩を使用することができる。この場合のAl化合物 添加量はα-Fe₂O₂粒子粉末に対してAI換算で 0.01~50質量%である。0.01質量%未満であ る場合には、結合剤樹脂中における分散が不十分であ り、50質量%を超える場合には粒子表面に浮遊するA 1化合物同士が相互作用するために好ましくない。本発 明における下層の無機粉末においては、A1化合物とと もにSi化合物を始めとして、P、Ti、Mn、Ni、 Zn、Zr、Sn、Sbから選ばれる化合物の1種また は2種以上を用いて被覆することもできる。A1化合物 Fe₂O₃ 粒子粉末に対して0.01~50質量%の範 囲である。0.01質量%未満である場合には添加によ る分散性向上の効果が殆どなく、50質量%を超える場 合には、粒子表面以外に浮遊する化合物同士が相互作用 をする為に好ましくない。

【0075】二酸化チタンの製法に関しては以下の通り 例示できる。これらの酸化チタンの製法は主に硫酸法と 塩素法がある。硫酸法はイルミナイトの源鉱石を硫酸で 蒸解し、Ti、Feなどを硫酸塩として抽出する。硫酸 鉄を晶析分離して除き、残りの硫酸チタニル溶液を濾過 精製後、熱加水分解を行なって、含水酸化チタンを沈澱 させる。これを濾過洗浄後、夾雑不純物を洗浄除去し、 粒径調節剤などを添加した後、80~1000℃で焼成 すれば粗酸化チタンとなる。ルチル型とアナターゼ型は 加水分解の時に添加される核剤の種類によりわけられ る。この粗酸化チタンを粉砕、整粒、表面処理などを施 して作成する。塩素法の原鉱石は天然ルチルや合成ルチ ルが用いられる。鉱石は高温還元状態で塩素化され、T iはTiCl。にFeはFeCl。となり、冷却により 固体となった酸化鉄は液体のTiCl₄と分離される。 得られた粗TiCl。は精留により精製した後核生成剤 を添加し、1000℃以上の温度で酸素と瞬間的に反応 させ、粗酸化チタンを得る。この酸化分解工程で生成し た粗酸化チタンに顔料的性質を与えるための仕上げ方法 は硫酸法と同じである。

【0076】表面処理は上記酸化チタン素材を乾式粉砕 後、水と分散剤を加え、湿式粉砕、遠心分離により粗粒 分級が行なわれる。その後、微粒スラリーは表面処理槽 に移され、ここで金属水酸化物の表面被覆が行なわれ n、Znなどの塩類水溶液を加え、これを中和する酸、 またはアルカリを加えて、生成する含水酸化物で酸化チ タン粒子表面を被覆する。副生する水溶性塩類はデカン テーション、濾過、洗浄により除去し、最終的にスラリ 一pHを調節して濾過し、純水により洗浄する。洗浄済 ₅₀ 均粒子径18nm)、1500(平均粒子径18n

みケーキはスプレードライヤーまたはバンドドライヤー で乾燥される。最後にこの乾燥物はジェットミルで粉砕 され、製品になる。

【0077】また、水系ばかりでなく酸化チタン粉体に AICl₃、SiCl₄の蒸気を通じその後水蒸気を流 入してAl、Si表面処理を施すことも可能である。 【0078】下層にカーボンブラックを混合させて公知

の効果である表面電気抵抗Rsを下げること、光透過率 を小さくすることができるとともに、所望のマイクロビ 10 ッカース硬度を得る事ができる。また、下層にカーボン ブラックを含ませることで潤滑剤貯蔵の効果をもたらす ことも可能である。カーボンブラックの種類はゴム用フ ァーネス、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、アセチ レンブラック、等を用いることができる。下層のカーボ とともに用いるこれらの化合物の添加量はそれぞれαー 15 ンブラックは所望する効果によって、以下のような特性 を最適化すべきであり、併用することでより効果が得ら れることがある。

【0079】下層のカーボンブラックの比表面積は通 常、100~500m²/g、好ましくは150~400 20 m²/g、DBP吸油量は通常、20~400ml/100g、 好ましくは30~400ml/100gである。カーボンブラ ックの平均粒子径は通常、5 nm~80 nm、好ましく は10~50nm、さらに好ましくは10~40nmで ある。平均粒子径が80nmより大きいカーボンブラッ 25 クを少量含んでもかまわない。カーボンブラックの p H は2~10、含水率は0.1~10質量%、タップ密度 は0. 1~1g/mlが好ましい。本発明に用いられる カーボンブラックの具体的な例としてはキャボット社製 BLACKPEARLS 2000 (平均粒子径15 30 nm)、1400 (平均粒子径13nm)、1300 (平均粒子径13nm)、1100 (平均粒子径14n m)、1000、900(平均粒子径15nm)、80 0、880、700、L (平均粒子径24nm)、VU LCAN XC-72 (平均粒子径30nm)、P (平 35 均粒子径19nm)、三菱化学社製 #3050B、# 3150B (平均粒子径30nm) 、#3750B、# 3950B (平均粒子径16nm)、#950 (平均粒 子径16mm)、#650B、#970B、#850B (平均粒子径18nm)、MA-600 (平均粒子径1 40 8 nm) 、MA-230、#4000、#4010、= ロンビアンカーボン社製CONDUCTEX SC (平 均粒子径17nm)、SC-U(平均粒子径20n m)、975 (平均粒子径20nm)、RAVEN 8 800 (平均粒子径13nm)、8000 (平均粒子径 る。まず、所定量のAl、Si、Ti、Zr、Sb、S 45 13nm)、7000(平均粒子径14nm)、575 0 (平均粒子径17 n m)、5250 (平均粒子径19 nm)、5000(平均粒子径12nm)、3500 (平均粒子径16nm)、2100(平均粒子径17n m)、2000(平均粒子径18nm)、1800(平

m)、1255 (平均粒子径23nm)、1250 (平 均粒子径21nm)、1035(平均粒子径27n m)、アクゾー社製ケッチェンブラックEC(平均粒子 径30nm)、旭カーボンブラック社製 #80 (平均 粒子径20nm)、#70(平均粒子径27nm)、# 60 (平均粒子径49 n m)、#55 (平均粒子径68 nm)、アサヒサーマル (平均粒子径72nm) などが あげられる。下層に用いられる平均粒子径が80nmよ り大きいカーボンブラックとしては旭カーボンブラック 社製#50(平均粒子径94nm)、#35(平均粒子 径82nm) などが挙げられる。カーボンブラックを分 散剤などで表面処理したり、樹脂でグラフト化して使用 しても、表面の一部をグラファイト化したものを使用し てもかまわない。また、カーボンブラックを塗料に添加 する前にあらかじめ結合剤で分散してもかまわない。こ れらのカーボンブラックは上記無機粉末に対して50質 量%を越えない範囲、非磁性層総質量の40%を越えな い範囲で使用できる。これらのカーボンブラックは単 独、または組合せで使用することができる。本発明で使 用できるカーボンブラックは例えば「カーボンブラック 便覧」 (カーボンブラック協会編) を参考にすることが できる。

【0080】非磁性層のカーボンブラックは、磁性層に 導電性を付与して帯電を防止すると共に、非磁性層上に 形成される磁性層の平滑な表面性を確保する目的で添加 25 される。非磁性層で用いるカーボンブラックとしては前 述した磁性層に含有させることができるカーボンブラックを使用することができる。但し、非磁性層で使用する カーボンブラックは、その平均粒子径が35nm以下 (更に好ましくは、10~35nm)であることが好ま 30 しい。カーボンブラックの通常の添加量は、全非磁性無 機粉末100質量部に対して、3~20質量部であり、 好ましくは、4~18質量部、更に好ましくは、5~1 5質量部である。

【0081】また下層には有機質粉末を目的に応じて、添加することもできる。例えば、アクリルスチレン系樹脂粉末、ベンゾグアナミン樹脂粉末、メラミン系樹脂粉末、フタロシアニン系顔料が挙げられるが、ポリオレフィン系樹脂粉末、ポリエステル系樹脂粉末、ポリアミド系樹脂粉末、ポリイミド系樹脂粉末、ポリフッ化エチレン樹脂も使用することができる。その製法は特開昭62~18564号、特開昭60~255827号に記されているようなものが使用できる。

【0082】下層の結合剤、潤滑剤、分散剤、添加剤、溶剤、分散方法その他は前述した磁性層に記載のそれが 45 適用できる。特に、結合剤量、種類、添加剤、分散剤の添加量、種類に関しては磁性層に関する公知技術が適用できる。

【0083】次に、バック層について詳述する。バックック層となる。またこの無機粉末の添加により、適度の層はカーボンブラックが主体として含まれてなる層であ 50 研磨力が付与され、テープガイドポール等への削り屑の

る。バック層では、カーボンブラックは、平均粒子径の 異なる二種類のものを使用することが好ましい。この場 合、その平均粒子径が10~30nm(更に好ましくは 10~20nm)の微粒子状カーボンブラックと平均粒 子径が150~300nm (更に好ましくは230~3 00nm) の粗粒子状カーボンブラックを使用すること が好ましい。一般に、上記のような微粒子状のカーボン ブラックの添加により、バック層の表面電気抵抗を低く 設定できる。また微粒子状カーボンブラックは一般に液 10 体潤滑剤の保持力に優れ、潤滑剤併用時、摩擦係数の低 減化に寄与する。一方、粒子サイズが150~300 n mの粗粒子状カーボンブラックは、固体潤滑剤としての 機能を有しており、またバック層の表面に微小突起を形 成し、接触面積を低減化して、摩擦係数の低減化に寄与 15 する。しかし粗粒子状カーボンプラック単独では、過酷 な走行系において、テープ摺動により、バック層からの 脱落が生じ易くなる傾向があり、エラー比率の増大につ ながる場合がある。

【0084】微粒子状カーボンブラックの具体的な商品20 としては、以下のものを挙げることができる。RAVEN2000B(平均粒子径18nm)、RAVEN1500B(平均粒子径17nm)(以上、コロンビアカーボン社製)、BP800(平均粒子径17nm)(キャボット社製)、PRINTEX90(平均粒子径1410m)、PRINTEX85(平均粒子径16nm)、PRINTEX85(平均粒子径16nm)、PRINTEX75(平均粒子径17nm)(以上、デグサ社製)、#3950(平均粒子径16nm)(三菱化学(株)製)。

) 【0085】また粗粒子カーボンブラックの具体的な商品の例としては、サーマルブラック(平均粒子径270 nm) (カーンカルブ社製)、RAVEN MTP(平均粒子径275nm) (コロンビアカーボン社製)を挙げることができる。

35 【0086】バック層において、平均粒子径の異なる二種類のものを使用する場合、10~30nmの微粒子状カーボンブラックと150~300nmの粗粒子状カーボンブラックの含有比率(質量比)は、前者:後者=99:1~75:25の範囲にあることが好ましく、更に40 好ましくは、98:2~85:15の範囲である。

【0087】バック層中のカーボンブラック(二種類のものを使用する場合には、その全量)の含有量は、結合剤100質量部に対して、通常30~80質量部の範囲であり、好ましくは、45~65質量部の範囲である。

【0088】モース硬度が5~9の硬質無機粉末を添加することにより、バック層の強度が強化され、走行耐久性が向上する。無機粉末をカーボンブラックと共に使用すると、繰り返し摺動に対しても劣化が少なく、強いバック層となる。またこの無機粉末の添加により、適度の研磨力が付与され、テープガイドポール等への削り層の

付着が低減する。

【0089】硬質無機粉末は、その平均粒子径が80~ 250nm (更に好ましくは、100~230nm) の 範囲にあることが好ましい。

ては、例えば、 α ー酸化鉄、 α ーアルミナ、及び酸化ク ロム (Cr₂O₃) を挙げることができる。これらの粉末 は、それぞれ単独で用いても良いし、あるいは併用して も良い。これらの内では、 α -酸化鉄又は α -アルミナ ク100質量部に対して通常0.2~30質量部であ り、好ましくは、0.3~20質量部である。

【0091】バック層には、特定の平均粒子径を有する モース硬度5~9の無機粉末と、前記平均粒子径の異な 好ましい。

【0092】バック層には、潤滑剤を含有させることが できる。潤滑剤は、前述した磁性層に使用できる潤滑剤 として挙げた潤滑剤の中から適宜選択して使用できる。 して通常0.5~5質量部の範囲で添加される。

「支持体」本発明に用いられる支持体は支持体の面内各 方向に対し、100℃、30分での熱収縮率が0.5% 以下であり、80℃、30分での熱収縮率が0.5%以 下、更に好ましくは0.2%以下であることが好まし い。更に前記支持体の100℃、30分での熱収縮率及 び80℃、30分での熱収縮率が前記支持体の面内各方 向に対し、10%以内の差で等しいことが好ましい。支 持体は非磁性であることが好ましい。これら支持体はポ リエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレー ト、等のポリエステル類、ポリオレフィン類、セルロー ストリアセテート、ポリカーボネート、アラミド等の芳 香族ポリアミドを含むポリアミド、ポリイミド、ポリア ミドイミド、ポリスルフォン、ポリベンゾオキサゾール などの公知のフィルムが使用できる。ポリエチレンナフ タレート、ポリアミドなどの高強度支持体を用いること が好ましい。これらの中では、ポリエチレンナフタレー ト(PEN)が特に好ましい。支持体の厚みは、5.0 $\sim 7.0 \mu m$ (更に好ましくは、5.4 $\sim 6.8 \mu$ m、)の範囲にあることが好ましい。また必要に応じ、 磁性面とベース面の表面粗さを変えるため特開平3-2 24127に示されるような積層タイプの支持体を用い ることもできる。これらの支持体にはあらかじめコロナ 放電処理、プラズマ処理、易接着処理、熱処理、除塵処

【0093】本発明は、支持体としてWYKO社製の表 面粗さ計「HD-2000」のmirau法で測定した 中心面平均表面粗さSRaが10.0nm以下、好まし くは8.0 nm以下、更に好ましくは7.5 nm以下の ものを使用する必要がある。これらの支持体は単に中心 50 の分散メディアであるジルコニアビーズ、チタニアビー

理、などをおこなっても良い。

面平均表面粗さが小さいだけではなく、0.5μm以上 の粗大突起がないことが好ましい。また表面の粗さ形状 は必要に応じて支持体に添加されるフィラーの大きさと 量により自由にコントロールされるものである。これら 【0090】モース硬度が5~9の硬質無機質粉末とし 05 のフィラーとしては一例としてはCa、Si、Tiなど の酸化物や炭酸塩の他、アクリル系などの有機粉末があ げられる。支持体の最大高さSRmaxは1μm以下、 十点平均粗さSRzは0.5μm以下、中心面山高さは SRpは0.5 μm以下、中心面谷深さSRvは0.5 が好ましい。硬質無機粉末の含有量は、カーボンブラッ 10 μm以下、中心面面積率SSrは10%以上、90%以 下、平均波長 S λ a は 5 μ m以上、 3 0 0 μ m以下が好 ましい。所望の電磁変換特性と耐久性を得るため、これ ら支持体の表面突起分布をフィラーにより任意にコント ロールできるものであり、 $0.01 \mu m$ から $1 \mu m$ の大 る二種類のカーボンブラックとが含有されていることが 15 きさのもの各々を 0.1 mm²あたり 0 個から 2000 個の範囲でコントロールすることができる。

【0094】本発明に用いられる支持体のF-5値は好 ましくは49~490MPa、好ましくは98~392 MPaである。破断強度は49~980MPa、好まし バック層において、潤滑剤は、結合剤100質量部に対 20 くは294~588MPaであり、弾性率は980~1 9600MPaが好ましい。温度膨張係数は10⁻⁴~1 0⁻⁸/℃であり、好ましくは10⁻⁵~10⁻⁶/℃であ る。湿度膨張係数は10⁻⁴/RH%以下であり、好ましくは 10⁻⁵/RH%以下である。これらの熱特性、寸法特性、 25 機械強度特性は支持体の面内各方向に対し10%以内の 差でほぼ等しいことが好ましい。

> 【0095】 [製法] 本発明の磁気記録媒体の磁性塗料 や下層用塗料を製造する工程は、少なくとも混練工程、 分散工程、およびこれらの工程の前後に必要に応じて設 30 けた混合工程からなる。個々の工程はそれぞれ2段階以 上にわかれていてもかまわない。本発明に使用する強磁 性金属粉末、非磁性粉末、結合剤、カーボンブラック、 研磨剤、帯電防止剤、潤滑剤、溶剤などすべての原料は どの工程の最初または途中で添加してもかまわない。ま 35 た、個々の原料を2つ以上の工程で分割して添加しても かまわない。例えば、ポリウレタンを混練工程、分散工 程、分散後の粘度調整のための混合工程で分割して投入 してもよい。本発明の磁気記録媒体を製造するために、 従来の公知の製造技術を一部の工程として用いることが 40 できる。混練工程ではオープンニーダ、連続ニーダ、加 圧ニーダ、エクストルーダなど強い混練力をもつものを 使用することが好ましい。ニーダを用いる場合は強磁性 金属粉末または非磁性粉末と結合剤のすべてまたはその 一部(ただし全結合剤の30質量%以上が好ましい)お 45 よび強磁性金属粉末100部に対し15~500部の範 囲で混練処理される。これらの混練処理の詳細について は特開平1-106338、特開平1-79274に記 載されている。また、磁性層液および非磁性層液を分散 させるにはガラスビーズを用ることができるが、高比重

ズ、スチールビーズが好適である。これら分散メディア の粒径と充填率は最適化して用いられる。分散機は公知 のものを使用することができる。

【0096】本発明で重層構成の磁気記録媒体を塗布す る場合、以下のような方式を用いることが好ましい。第 05 一に磁性塗料の塗布で一般的に用いられるグラビア塗 布、ロール塗布、ブレード塗布、エクストルージョン塗 布装置等により、まず下層を塗布し、下層がウェット状 態のうちに特公平1-46186や特開昭60-238 179、特開平2-265672に開示されている支持 体加圧型エクストルージョン塗布装置により上層を塗布 する方法、第二に特開昭63-88080、特開平2-17971、特開平2-265672に開示されている ような塗布液通液スリットを二つ内蔵する一つの塗布へ ッドにより上下層をほぼ同時に塗布する方法、第三に特 開平2-174965に開示されているバックアップロ ール付きエクストルージョン塗布装置により上下層をほ ぼ同時に塗布する方法である。なお、磁性粒子の凝集に よる磁気記録媒体の電磁変換特性等の低下を防止するた め、特開昭62-95174や特開平1-236968 に開示されているような方法により塗布ヘッド内部の塗 布液にせん断を付与することが望ましい。さらに、塗布 液の粘度については、特開平3-8471に開示されて いる数値範囲を満足する必要がある。本発明の構成を実 現するには下層を塗布し乾燥させたのち、その上に磁性 層を設ける逐次重層塗布を用いてもむろんかまわず、本 発明の効果が失われるものではない。ただし、塗布欠陥 を少なくし、ドロップアウトなどの品質を向上させるた めには、前述の同時重層塗布を用いることが好ましい。

【0097】コバルト磁石やソレノイドを用いて長手方向に配向する。乾燥風の温度、風量、塗布速度を制御することで塗膜の乾燥位置を制御できる様にすることが好ましく、塗布速度は20m/分~1000m/分、乾燥風の温度は60℃以上が好ましい、また磁石ゾーンに入る前に適度の予備乾燥を行なうこともできる。

【0098】カレンダ処理ロールとしてエポキシ、ポリイミド、ポリアミド、ポリイミドアミド等の耐熱性のあるプラスチックロールまたは金属ロールで処理するが、特に両面磁性層とする場合は金属ロール同志で処理することが好ましい。処理温度は、好ましくは50 $^{\circ}$ $^{\circ}$

【0099】次に所望のサイズにスリットし、スリット 品の送り出し、巻き取り装置を持った装置に不織布とサファイアブレード等が磁性面に押し当たるように取り付け、テープクリーニング装置で磁性層の表面のクリーニングを行うことが好ましい。

【0100】 [物理特性] 磁性層の厚みは0.15~

 $0.25 \mu m$ (更に好ましくは $0.16 \sim 0.24 \mu$ m) の範囲である。非磁性層は、 $0.2 \sim 3.0 \mu m$ (更に好ましくは、 $1.0 \sim 2.5 \mu m$) の範囲の厚さとなるように形成することが好ましい。バック層は、 $0.2 \sim 0.8 \mu m$ の範囲の厚さとなるように形成することが好ましい。また本発明の磁気記録媒体の全体の平均厚さは、 $8.5 \sim 9.5 \mu m$ (更に好ましくは、 $8.6 \sim 9.2 \mu m$ の範囲にあることが好ましい。

【0101】本発明の磁気記録媒体のヘッドに対する摩 10 擦係数は温度-10℃から40℃、湿度0%から95% の範囲において通常、0.5以下、好ましくは0.3以 下、表面電気抵抗は好ましくは磁性面が104~1012 オーム/sa、バック面が10⁷オーム/sa以下、帯 電位は-500Vから+500V以内が好ましい。磁性 15 層の0.5%伸びでの弾性率は面内各方向で好ましくは 980~19600MPa、破断強度は好ましくは98 ~690MPa、磁気記録媒体の弾性率は面内各方向で 好ましくは980~14700MPa、残留のびは好ま しくは0.5%以下、100℃以下のあらゆる温度での 20 熱収縮率は好ましくは1%以下、さらに好ましくは0. 5%以下、もっとも好ましくは0.1%以下である。磁 性層のガラス転移温度(110Hzで測定した動的粘弾 性測定の損失弾性率の極大点)は50℃以上120℃以 下が好ましく、下層非磁性層のそれは0℃~100℃が 好ましい。損失弾性率は1×10⁵ ~8×10⁸P a の 範囲にあることが好ましく、損失正接は0.2以下であ ることが好ましい。損失正接が大きすぎると粘着故障が 発生しやすい。これらの熱特性や機械特性は媒体の面内 各方向で10%以内でほぼ等しいことが好ましい。磁性 層中に含まれる残留溶媒は好ましくは100mg/m² 以下、さらに好ましくは10mg/m2以下である。塗 布層が有する空隙率は非磁性層、磁性層とも好ましくは 30容量%以下、さらに好ましくは20容量%以下であ る。空隙率は高出力を果たすためには小さい方が好まし 35 いが、目的によってはある値を確保した方が良い場合が ある。例えば、繰り返し用途が重視されるディスク媒体 では空隙率が大きい方が走行耐久性は好ましいことが多 V.

【0102】磁性層の表面をWYCO社製の表面粗さ計 10 「HD-2000」のmirau法で測定した中心面平 均表面粗さRaは9.0nm以下、好ましくは6.5 nm以下、更に好ましくは4.0nm以下、特に好ましくは3.5 nm以下、最も好ましくは3.3 nm以下である。磁性層の最大高さSRmaxは0.5 μm以下、十45 点平均粗さSRzは0.3 μm以下、中心面山高さSRpは0.3 μm以下、中心面合深さSRvは0.3 μm以下、中心面面積率SSrは20%以上、80%以下、平均波長Sλaは5 μm以上、300 μm以下が好ましい。磁性層の表面突起は0.01 μmから1 μmの大き 2000のを0個から2000個の範囲で任意に設定する

Rヘッドの特性に適応するように調製されている。従っ

て、再生MRヘッドを用いる磁気記録システムに有利に

用いることができる。特に、本発明の磁気記録媒体は、

ているものを使用することができる。特に、シールド

型、あるいは縦形といったMR素子(例えば、Fe/N i (パーマロイ) 合金薄膜からなるもの) が磁気テープ

に摺動するように構成されたMRヘッドを使用すること

【実施例】以下に、実施例及び比較例を記載し、本発明

に断らない限り「質量部」を表わす。

コンピュータデータ記録用として有利に用いることがで

磁気記録媒体

ことが可能であり、これにより電磁変換特性、摩擦係数 を最適化することが好ましい。これらは支持体のフィラ -による表面性のコントロールや磁性層に添加する粉体 の粒径と量、カレンダ処理のロール表面形状などで容易 にコントロールすることができる。湾曲は±4mm以内 05 きる。MRヘッドは特に制限はなく、従来から利用され (さらに好ましくは±3mm以内)とすることが好まし

【0103】本発明の磁気記録媒体で非磁性層と磁性層 を有する場合、目的に応じ非磁性層と磁性層でこれらの 物理特性を変えることができるのは容易に推定されるこ 10 が好ましい。 とである。例えば、磁性層の弾性率を高くし走行耐久性 を向上させると同時に非磁性層の弾性率を磁性層より低 くして磁気記録媒体のヘッドへの当りを良くするなどで ある。

【0104】本発明の磁気記録媒体は、以上のようにM 15

を更に具体的に説明する。尚、以下に示す「部」は、特

実施例1

<塗料の作製>

磁性塗料

強磁性金属粉末(A)

100部

組成: Fe100%、Co10% (原子比)

Hc143. 2kA/m、比表面積56m²/g、σs123A·m²/

[0105]

k g

結晶子サイズ160Å、平均長軸長0. 09μm(変動率25%)、

平均軸比6.2(変動率25%)、

A1/(Fe+Co) = 8. 2原子%

Y/(Fe+Co) = 1.8原子%

表面酸化膜厚28Å、水分1.0質量%、

水溶性Na2. Oppm、水溶性Ca0. Oppm

注)変動率 (%) = 100×長軸長 (軸比)の標準偏差/平均長軸長 (平均軸 比)

塩化ビニル共重合体

MR110 (日本ゼオン社製)

10部

ポリウレタン樹脂

UR8200 (東洋紡社製)

4部

αアルミナ分散品

10部 (アルミナ換算)

(HIT55/MR110/MEK=5部/1部/4部の分散品)

HIT55(住友化学工業社製):

平均粒子径: 0. 20μm、比表面積: 8. 0~9. 0 m²/g

モース硬度:9、pH:7.7~9.0

カーボンブラック

#50 (旭カーボン社製)

1部

平均粒子径:94nm、比表面積:28m²/g

DBP吸油量:61ml/100g、pH:7.5

揮発分:1.0質量%

フェニルホスホン酸

3部

ブチルステアレート

1.5部

ブトキシエチルステアレート

0.1部

0.3部

ステアリン酸アミド

ステアリン酸

0.5部

- 19 -

2003 06 16 08:45

メチルエチルケトン シクロヘキサノン

250部 250部

【0106】上記の塗料について、まず強磁性金属粉 末、フェニルホスホン酸及びカーボンブラックを用いて ニーダーで混合した後、塩化ビニル共重合体、ポリウレ 05 1μmの平均孔径を有するフィルターを用いて濾過し、 タン樹脂、有機溶剤の一部を加えて各成分をニーダーで 混練したのち、残りの有機溶剤と研磨剤とを加え良く混 合した後、サンドミルを用いて分散させた。得られた分

散液に残りの添加剤各種とポリイソシアネート10部を 加え、さらにメチルエチルケトン40部を加え分散し、 磁性層形成用の塗布液を調製した。

[0107]

非磁性塗料 (針状無機粉末使用)

無機粉末 $\alpha - F e_{\gamma}O_{\gamma}$ ヘマタイト

100部

平均長軸長 0.15 µ m、BET法による比表面積 50 m²/g

pH 9、軸比 6、表面にAl₂O₃として全粒子の1質量%(Al換算

)存在

カーボンブラック

#950B (三菱化学社製)

18部

塩化ビニル共重合体

MR104 (日本ゼオン社製)

14部

ポリウレタン樹脂

UR5500 (東洋紡社製)

20部

フェニルホスホン酸

4部

ステアリン酸

1. 2部

ステアリン酸アミド

0.3部

ブチルステアレート

1.8部 400部

メチルエチルケトン/シクロヘキサノン(1/1混合溶剤)

【0108】上記の塗料について、各成分をニーダーで 25 径を有するフィルターを用いて濾過し、非磁性層形成用 混練したのち、サンドミルを用いて分散させた。得られ た分散液にポリイソシアネートを10部を加え、さらに

シクロヘキサノン40部を加え分散し、1μmの平均孔

の塗布液を調製した。

[0109]

バック層塗料 BLー1

微粒子状カーボンブラック粉末

100部

[(キャボット社製、BP-800、平均粒子径:17nm)]

粗粒子状カーボンブラック粉末

[(カーンカルブ社製、サーマルブラック、平均粒子径:270nm)]

αアルミナ (硬質無機粉末) 分散品

0.5部(アルミナ換算)

(HIT55/MR110/MEK=5部/1部/4部の分散品)

ニトロセルロース樹脂 108部 ポリウレタン樹脂 15部 ポリイソシアネート 40部 ポリエステル樹脂 5部 分散剤:オレイン酸銅 4部 銅フタロシアニン 4部 硫酸バリウム 5部

メチルエチルケトン 2200部 酢酸ブチル 300部

【0110】上記バック層を形成する各成分を連続ニー ダーで混練したのち、サンドミルを用いて分散させた。 得られた分散液を1μmの平均孔径を有するフィルター

を用いて濾過し、バック層形成用塗布液を調製した。

トルエン

が2.0μmになるようにさらにその直後にその上に磁 性層の厚さが $0.20\mu m$ になるように、厚さ 6.1μ mで中心面平均表面粗さが7.0nmのPEN支持体

600部

(帝人製)上に同時重層塗布を行ない、両層がまだ湿潤 【0111】得られた非磁性層塗布液を、乾燥後の厚さ 50 状態にあるうちに600mTの磁力を持つコバルト磁石

磁気記録媒体

と600mTの磁力を持つソレノイドにより配向させ た。乾燥後、金属ロールのみから構成される7段のカレ ンダーで温度85℃にて速度200m/m i n. 線圧2 940N/cmで処理を行い、その後、バック層形成用 塗布液を用いて厚み 0.5 μmのバック層を塗布した。 1/2インチ幅にスリットし、スリット品の送り出し、 巻き取り装置を持った装置に不織布とサファイアブレー ドが磁性面に押し当たるように取り付け、テープクリー ニング装置で磁性層の表面のクリーニングを行い、得ら れたコンピュータデータ記録用磁気テープ(以下、単に 磁気テープという)を3480型1/2インチカートリ ッジに580m巻き込んだ。

【0112】実施例-2~3、比較例-1~2 実施例-1において、磁性層厚みを変更した他は、実施 プを作成した。

【O 1 1 3】実施例 4 ~ 5、比較例 3 ~ 7 実施例-1において、強磁性金属粉末(A)の代わり に、表-1に示す強磁性金属粉末B~Gを用いた他は、 実施例-1と同様にしてコンピュータデータ記録用磁気 20 テープを作成した。

【0114】 [磁気記録再生システムの組み立て]

(1) 薄膜磁気ヘッド

・記録ヘッド

構造: 2ターン薄膜コイルをCo系アモルファス磁性薄 膜ョークで挟持したインダクティブヘッドである。

トラック幅: $66 \mu m$ 、ギャップ長: 1. $4 \mu m$ ・再生ヘッド

構造:両シールド型シャントバイアスMR (磁気抵抗 型) ヘッドである。MR素子は、Fe/Ni(パーマロ イ) 合金薄膜である。

トラック幅:22μm、シールド間隔:0.45μm

(2) 磁気記録再生システムの組み立て

記録再生ヘッドを富士通(株)製F613Aドライブ 再生装置)に装着し、テープスピード40インチ/秒の 磁気記録再生システムを作成した。

【0115】 [磁気テープとしての評価] 得られた各コ ンピュータデータ記録用磁気テープの特性を下記の方法 にて測定し、評価した。

(1) 磁気特性 (Hc):振動試料型磁力計 (東英工業 社製) を用い、タイムコンスタント0. 1秒、スイープ 速度3分/795.8kA/m、測定磁場795.8k A/mで測定した。 △残留磁束は、60℃、90%RH 中に1週間保存後の磁性層の残留磁束の減少を示し、Δ 残留磁束(%)=〔1-(保存後の残留磁束/保存前の 残留磁束)]×100により求めた。

(2) 中心面平均表面粗さ(Ra):この表面粗さは、

WYKO社(USアリゾナ州)製の光干渉3次元粗さ計 「HD-2000」を用いて、磁性層表面をMIRAU 法で約184μm×242μmの面積のRaを測定す る。対物レンズ50倍、中間レンズ0.5倍で傾き補 05 正、円筒補正、を加えている。本方式は光干渉にて測定 する非接触表面粗さ計である。

(3) 磁性層の厚みの測定

磁性層厚みは磁気記録媒体を長手方向に渡ってダイヤモ ンドカッターで約0. $1 \mu m$ の厚味に切り出し、透過型 10 電子顕微鏡で倍率10000倍~10000倍、好ま しくは20000倍~50,000倍で観察し、その写 真撮影を行った。写真のプリントサイズはA4~A5で ある。その後、磁性層、下層非磁性層の強磁性金属粉末 や非磁性粉末の形状差に注目して界面を目視判断して黒 例-1と同様にしてコンピュータデータ記録用磁気テー 15 く渕どり、かつ磁性層表面も同様に黒く渕どった。その 後、Zeiss社製画像処理装置IBAS2にて渕どり した線の長さを測定した。試料写真の長さが21cmの 場合、測定を85~300回行った。その際の測定値の 平均値を磁性層厚みとした。

- (4) 磁気テープの全体の厚み(平均全厚)は、ミツト ョ製マイクロメータでテープ10枚を重ねて測定し、1 枚の厚みを算出した。
 - (5) 上記磁気記録再生システムにて以下の特性を測定 し、磁気テープの電磁変換特性を評価した。
- 25 · オーバーライト (O/W): 2. 1 μ m波長を記録 し、その上に $0.5 \mu m$ の波長を重ね書きした時の2.1μmの波長の残留信号を測定した。実施例-1の値を 0.0dBとして示した。
- ・出力:記録波長0.54 μmを記録した時の再生出力 30 を測定し、実施例-1の値を100%として示した。
 - ·S/N比:0.54μmの再生出力と1.2μmの再 生出力の差を測定し、実施例-1の値を0.0dBとし て示した。
- ・PW₅₀: 7. 89 μ mの記録波長の孤立反転波形の半 (3480型1/2インチカートリッジ磁気テープ記録 35 値幅を測定した。孤立反転波形の半値幅は、記録単位の 長さの目安を示し、この値が小さい程、記録単位を短く でき、高い密度の記録が可能である。以上の評価の結果 を表2に示す。

【0116】強磁性金属粉末の組成、磁気特性、及び粒 40 子サイズの各々の特性評価方法は特開平8-27913 7号公報、特開平9-106535号公報、特開平9-231546号公報および特開平11-100213号 公報に記載の方法による。

【0117】実施例1~5、比較例1~8の評価結果を 45 表-2にまとめて示す。

[0118]

【表1】

| == | 4 |
|----|---|
| | |
| | |

| 強磁性金屬粉末種類 | В | С | D | E |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|
| σs (A·m²/kg) | 118 | 128 | 112 | 1 3 5 |
| 平均長軸長 (μm) | 0.075 | 0.090 | 0.075 | 0.100 |
| 平均長軸長(変動率:%) | 2 4 | 2 8 | 28 | 2 6 |
| 平均軸比 | 5.8 | 7.5 | 6.0 | 6.8 |
| 平均軸比(変動率:%) | 2 5 | 29 | 30 | 28 |
| Co/Fe (原子比:%) | 9 | 1 2 | 1 0 | 1 0 |
| Al/(Fe+Co) (原子比:%) | 6.4 | 7.5 | 6.4 | 6.5 |
| Y/(Fe+Co) (原子比:%) | 3.8 | 1.5 | 3.6 | 1.6 |
| Mg/(Fe+Co) (原子比:%) | 0.8_ | 0.7 | 0.8 | 1.0_ |
| Hc (kA/m) | 143.1 | 150.4 | 140.0 | 149.5 |
| 表面酸化膜厚 (&) | 28 | 26 | 3 0 | 2 4 |
| 比表面積 (m²/g) | 50 | 58 | 50 | 4.8 |
| 水分(質量%) | 1.1 | 0.8 | 1. 2 | 0.8 |
| 水溶性Na (ppm) | 4 | 5 | 3 | 2 |
| 水溶性Ca (ppm) | 1 | 0 | 0 | 0 |

[0119]

【表 2】

表-1 (つづき)

| <u> </u> | | , | |
|--------------------|-------------|---------------|-------------|
| 強磁性金属粉末種類 | F | G | Н |
| σs (A·m²/kg) | 123 | 125 | 128 |
| 平均長軸長 (μm) | 0.09 | 0.10 | 0.09 |
| 平均長軸長 (変動率:%) | 3 5 | 3 2 | 3 2 |
| 平均軸比 | 6.2 | 6. 9 | 6.8 |
| 平均軸比(変動率:%) | 3 8 | 3 4 | 3 3 |
| Co/Fe (原子比:%) | 1 0 | 3 | 2 0 |
| Al/(Fe+Co) (原子比:%) | 8.3 | 7.5 | 7.5 |
| Y/(Fe+Co) (原子比:%) | 1.8 | 1.6 | 1.5 |
| Mg/(Fe+Co) (原子比:%) | 0.8 | 1.0 | 1. 0 |
| Hc (kA/m) | 144.1 | 131.3 | 160.8 |
| 表面酸化膜厚(A) | 2 8 | 2 5 | 2 8 |
| 比表面積 (m²/g) | 5 6 | 5 5 | 5 8 |
| 水分 (質量%) | 0.9 | 0.9 | 0.9 |
| 水溶性Na (ppm) | 3 | 3 | 2 |
| 水溶性Ca (ppm) | 1 | 0 | 0 |

[0120]

45 【表3】

表-2

| | 実施例-1 | 実施例-2 | 実施例-3 | 実施例-4 |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|
| 強磁性金属粉末種類 | A | A | Α | B |
| 磁性層厚(μm) | 0.20 | 0.16 | 0.24_ | 0.20 |
| 平均全厚(μm) | 8.8 | 8.8 | 8.8 | 8.8 |
| 残留磁束 (mT·μm) | 5 5 | 51 | 5 9 | 53 |
| △残留磁束(%) | 0.7 | 0.8 | 0.6 | 0.6 |
| 磁性層OR | 2.2 | 2.5 | 2. 0 | 2.7 |
| 磁性層Hc (kA/m) | 148.8 | 149.8 | 147.0 | 148.0 |
| 磁性層 S * | 0.70 | 0.72 | 0.69 | 0.73 |
| 磁性層表面粗さ(Ra:nm) | 3.5 | 3.3 | 4.0 | 3.3 |
| S/N (dB) | 0.0 | -0.2 | 0.5 | 1. 2 |
| PW ₅₀ (nm) | 300 | 280 | 320 | 250 |
| 0/W (dB) | 0.0 | -1.5 | 1.0 | -1.8 |
| 出力 (%) | 100 | 9 4 | 110 | 101 |
| フェニルホスホン酸処理 | 有り | 有り | 有り | 有り |

[0121]

【表4】

表-2 (つづき)

| A 0 (3 - C) | 実施例-5 | 比較例-1 | 比較例-2 | 比較例-3 |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|
| 強磁性金属粉末種類 | C | A | Α | D |
| 磁性層厚 (µm) | 0.20 | 0.12 | 0.28 | 0.20 |
| 平均全厚(µm) | 8.8 | 8. 7 | 8. 9 | 8.8 |
| 残留磁束(mT·μm) | 5 7 | 4 6 | 63 | 4.9 |
| △残留磁束(%) | 0.8 | 0.9 | 0.6 | 0.8 |
| 磁性層OR | 2.4 | 2.5 | 1. 9 | 1.9 |
| 磁性層Hc (kA/m) | 150.2 | 150.0 | 146.2 | 146.8 |
| 磁性層 S * | 0.73 | 0.72 | 0.68 | 0.86 |
| 磁性層表面粗さ(Ra:nm) | 3.5 | 3.3 | 4.4 | 3.0 |
| S/N (dB) | 0.4 | -2.1 | -2.8 | 0.4 |
| PW ₅₀ (nm) | 330 | 260 | 410 | 430 |
| 0/W (dB) | 0.5 | -2.0 | 4. 0 | 2.9 |
| 出力 (%) | 110 | 7 5 | 115 | 8 2 |
| フェニルホスホン酸処理 | 有り | 有り | 有り | 有り |

[0122]

【表5】

| 表一 | 2 | (~ | づ | ⇉ | ` |
|-------|---|-----|---|---|---|
| 702 — | _ | · ~ | _ | ~ | , |

| 教一と(フラビ) | 比較例-4 | 比較例-5 | 比較例-6 | 比較例-7 |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|
| 強磁性金属粉末種類 | E | F | G | Н |
| 磁性層厚(µm) | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 |
| 平均全厚 (μm) | 8.8 | 8.8 | 8.8 | 8.8 |
| 残留磁束(m T・μm) | 6 2 | 5 5 | 5 6 | 58 |
| △残留磁束(%) | 2. 2 | 1.2 | 3. 2 | 0.6 |
| 磁性層OR | 2.0 | 1. 7 | 1.7 | 1.8 |
| 磁性層Hc(kA/m) | 150.4 | 149.2 | 133.7 | 164.5 |
| 磁性層S* | 0.67 | 0.63 | 0.65 | 0.66 |
| 磁性層表面組さ(Ra:nm) | 4.5 | 4.0 | 4.5 | 3.8 |
| S/N (dB) | -3.2 | -3.1 | -5.4 | -2.1 |
| PWso (nm) | 420 | 600 | 510 | 470 |
| O/W (dB) | 2.6 | 3. 2 | 2.1 | 4.7 |
| 出力 (%) | 1 2 0 | 78 | 6 5 | 118 |
| フェニルホスホン酸処理 | 有り | 有り | 有り | 有り |

【0123】上記表2の結果から、磁性層の平均厚みが 0. 15~0. 25 μ m の範囲にあり、磁性層の残留磁 東が50~60mT・μmの範囲にあり、かつ磁性層の ORが2. 0以上である本発明に従う磁気テープ (実施 例1~5) の場合には、高いS/N値が得られるなどい 25 【0125】 ずれも高い電磁変換特性を示し、またPW50も低い値を 示しており、高記録密度が達成されていることがわか る。また、60℃、90%RH中に1週間保存後の磁性 層の残留磁束の減少が1%未満にあり、保存安定性にも 非常に優れている事が分かる。

【0124】一方、比較例の磁気テープの場合は、磁性 層の残留磁束が50~60mT・μmの範囲外であった り、磁性層のORが2. O未満であると、S/N値が低 下したり、PW50の値が大きくなったり、またオーバー ライト (O/W) の値も高くなるなどバランスのとれた 35 ることができる。 電磁変換特性が得られていない。本発明のメタル磁性体

の o s、H c、粒子形状と分布、更には組成等の特性値 を本発明の範囲内とすることと、メタル磁性体を有機り ん化合物で処理することにより優れた電磁変換特性と保 存安定性を確保できることがわかる。

【発明の効果】本発明の磁気記録媒体は、その電磁変換 特性が特に、磁気抵抗型(MR)ヘッドに適応するよう に調製されている。従って、本発明の磁気記録媒体は、 MRヘッドを用いる磁気記録再生システムに有利に用い 30 ることができる。本発明の磁気記録媒体をこのようなシ ステムに利用することで、データの転送速度を向上させ ることができ、また更に高密度記録が可能となり、更に 保存安定性に優れ、その結果、大容量の記録が可能にな る。特に、コンピュータデータ記録用として有利に用い